

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

FACULTAD DE ODONTOLOGÍA



TESIS DOCTORAL

**La influencia de la contracción de polimerización de las resinas
compuestas en la distribución de las propiedades mecánicas
de la interfase adhesiva**

MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR

PRESENTADA POR

Elena Cabrera Jerónimo

Director

José Carlos de la Macorra García

Madrid, 2012

TESIS DOCTORAL

La influencia de la contracción de polimerización de las resinas compuestas en la distribución de las propiedades mecánicas de la interfase adhesiva

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE
MADRID



Memoria para optar al grado de Doctor por:

Elena Cabrera Jerónimo

Director Prof. Dr. José Carlos de la Macorra García

Madrid, 2011

Ciencia es aquello sobre lo cual cabe siempre discusión

José Ortega y Gasset

Índice	1
Agradecimientos	5
Presentación del trabajo	7
1. INTRODUCCIÓN	9
1.1 Composición de las resinas compuestas	10
1.2 El proceso de polimerización y la contracción	12
1.3 Desarrollo del estrés de contracción	14
1.4 Cinética de la contracción de polimerización	16
1.5 Factores que determinan la contracción de polimerización	18
1.6 Factores que afectan al desarrollo del estrés de contracción	24
1.7 Métodos para medir la contracción de polimerización	32
1.8 Métodos para medir el estrés de contracción	35
1.9 Dirección de los vectores de contracción	38
1.10 Consecuencias clínicas del estrés de contracción	40
1.11 Formas de reducción del estrés de contracción para minimizar sus repercusiones clínicas	41
1.12 Test de microtracción	43
1.13 Hipótesis	43
1.14 Objetivos	44
2. MÉTODO	
2.1 Soluciones específicas al método presentado	45
2.1.1 Ajuste de áreas y formación de residuos	45
2.1.2 Variabilidad intradiante (PTens)	46
2.1.3 Diferencias en la longitud de las muestras (PDistances)	47
2.1.4 Muestras perdidas (fallos pretest)	47
2.2 Análisis de Weibull	48

3. TRABAJOS QUE COMPONEN LA TESIS DOCTORAL

3.1	La contracción de polimerización influye en la microrresistencia adhesiva (Polymerization shrinkage influences microtensile bond strength)	
3.1.1	Resumen en español	49
3.1.2	Artículo publicado en <i>Journal of Dental Research</i> 2007; 86(3): 227-231	51
3.2	Distribución de la microrresistencia adhesiva en dentina de tres materiales de resina compuesta con diferente grado de contracción (Microtensile bond strength distributions of three composite materials with different polymerization shrinkages bonded to dentin)	
3.2.1	Resumen en español	57
3.2.2	Artículo publicado en <i>Journal of Adhesive Dentistry</i> 2011; 13(1): 39-48	59
3.3	Efectos de la contracción de polimerización en la microrresistencia adhesiva de la interfase entre un cemento de resina y dentina (Effects of polymerization contraction on interface's μ TBS of luting material and dentin)	
3.3.1	Resumen en español	69
3.3.2	Artículo publicado en <i>Clinical Oral Investigation</i> 2010; 14(2): 207-16	71
3.4	El estrés tangencial de componente centrípeto originado por la contracción de polimerización como causa de los defectos marginales de las restauraciones adhesivas directas (Centripetal stresses due to polymerization contraction of composite resins: a probable cause of defects at the margins of large direct resin-bonded restorations)	
3.4.1	Resumen en español	81
3.4.2	Artículo aceptado para publicación en la <i>Journal of Adhesive Dentistry</i>	83

4. DISCUSIÓN

4.1	Método de microtracción	115
4.2	Diferencias en el sustrato de adhesión	118
4.3	Preparación de las muestras	121
4.4	Distribución de las fuerzas de estrés de contracción en la interfase y su relación con la calidad adhesiva	124
4.5	Resultados	129
4.6	Análisis de fracturas y manejo de los datos	134

5. CONCLUSIONES

137

6. BIBLIOGRAFÍA

139

Tengo la gran suerte de contar con gente alrededor (familia, compañeros y amigos) que me animan a seguir cada día, y, por fin, terminar lo que con los años se ha convertido en un desafío. Gracias a todos.

A mis padres, Francisco Cabrera y Francisca Jerónimo, con inmensa gratitud por su amparo incondicional y por el amor que profesan a sus hijos.

A mi hermano del alma, Paco, porque tengo la suerte de contar con una persona cuya belleza interior deslumbra.

A Israel Lozano Barragán, por ser una de las personas que más ha sufrido la realización de esta Tesis Doctoral. Gracias por tu comprensión y el aliento que me has transmitido en los momentos de flaqueza.

A mis precursoras y ahora amigas, las Dras. Alicia Miguel Calvo y Nuria Escribano Mediavilla. Sin ellas, los inicios no hubieran sido los mismos. Ellas representan la parte humana de la investigación.

Al Departamento de Odontología Conservadora de la Facultad de Odontología de la Universidad Complutense de Madrid por las facilidades prestadas, especialmente a Silvia Tenenbaum por su ayuda en el día a día.

A mi director de Tesis, el Profesor Doctor José Carlos de la Macorra García, por su apoyo y paciencia y porque sin él este trabajo no hubiera visto la luz.

Los trabajos publicados que forman la parte experimental se han ido sucediendo en el tiempo desde la primera publicación en 2007 hasta las más recientes en 2011. La evolución de la experimentación nos llevó a comprobar la hipótesis planteada de forma lineal al principio, sobre esmalte en el caso del primer trabajo, dentina en el segundo, con cementos de resina en el tercero y en áreas grandes después, lo que dio lugar al cuarto y último trabajo cuyos datos están aún sin publicar.

Los artículos están publicados en revistas con factor de impacto del ámbito de la Odontología. Presentamos esta Tesis Doctoral en formato de publicaciones porque consideramos que es el que refleja más fielmente el desarrollo como investigador del doctorando, objetivo principal de cualquier Tesis.

La bibliografía en cada uno de ellos sigue un orden propio que no coincide con el de la bibliografía general de la tesis doctoral, referida al final de la misma.

Antes de publicarlos, cada uno de los artículos había sido presentado total o parcialmente en alguno de los congresos nacionales o internacionales que a continuación se detallan:

- **La contracción de polimerización influye en la microrresistencia adhesiva** (artículo publicado en Journal of Dental Research):
 - Presentado en formato póster en el Congreso Internacional de la IADR/CED celebrado en Amsterdam (Holanda) en septiembre de 2005.
 - Premio al mejor artículo de investigación publicado por un miembro de la SEOC en 2007, otorgado en el Congreso Nacional de la SEOC celebrado en Valencia en mayo de 2008.
- **Distribución de la microrresistencia adhesiva en dentina de tres materiales de resina compuesta con diferente grado de contracción** (artículo publicado en Journal of Adhesive Dentistry):
 - Presentado parcialmente en formato póster en el Congreso Internacional de la IADR/CED celebrado en Dublín (Irlanda) en septiembre de 2006.

- Presentado parcialmente en formato de comunicación oral en el Congreso Nacional de la SEOC celebrado en Alcorcón (Madrid) en mayo de 2007.
 - Presentado parcialmente en formato de comunicación oral en el Congreso Nacional de la SEOC celebrado en Valencia en mayo de 2008.
 - Premio a la mejor comunicación oral del Congreso Nacional de la SEOC celebrado en Alcorcón (Madrid) en mayo de 2007.
- **Efectos de la contracción de polimerización en la microrresistencia adhesiva de la interfase entre un cemento de resina y dentina** (artículo publicado en Clinical Oral Investigation)
- Presentado en formato póster en el Congreso Internacional de la IADR/CED celebrado en Tesalónica (Grecia) en septiembre de 2007.
- **El estrés tangencial de componente centrípeto originado por la contracción de polimerización como causa de los defectos marginales de las restauraciones adhesivas directas** (artículo aceptado para publicación en Journal of Adhesive Dentistry):
- Presentado parcialmente en formato póster en el Congreso Internacional de la IADR/CED celebrado en Tesalónica (Grecia) en septiembre de 2007.
 - Presentado parcialmente en formato póster en el Congreso Internacional de la IADR/CED celebrado en Londres (Reino Unido) en septiembre de 2008.
 - Presentado parcialmente en formato de comunicación oral en el Congreso Internacional de la IADR celebrado en Barcelona en julio de 2010.

El gran desarrollo de los materiales de restauración a base de resinas compuestas hizo que se introdujeran en el sector dental a mediados de la década de los 60 como una gran alternativa viable a la amalgama y a los cementos de silicato. Sin embargo, la dificultad de su manejo y los otros inconvenientes que presentaban estos materiales dejaron en evidencia que faltarían algunos años para que los composites estuvieran presentes en la clínica diaria. Con el tiempo, el nivel de entrenamiento de los dentistas y su conocimiento de las propiedades del material fueron en aumento, lo que hizo de ellos los materiales de uso más frecuente en Odontología hoy en día. De hecho, su uso no se limita al de materiales de restauración, sino que se utilizan también como bases cavitarias, selladores de fosas y fisuras, reconstrucción de muñones, incrustaciones, coronas, restauraciones provisionales, selladores endodónticos y cementos de prótesis fija, postes intrarradiculares y de dispositivos de ortodoncia (Ferracane JL, 2011).

Muchos de los inconvenientes iniciales se han ido solventando, como la estabilidad del color o el excesivo desgaste (Sarret DC, 2005), pero otros, como la contracción de polimerización, permanecen vigentes. Éste es un tema actual de investigación de las resinas compuestas. Todos los años se publica una gran cantidad de artículos sobre este tema.

Las repercusiones clínicas de las fuerzas de contracción durante la polimerización de los composites en ocasiones motivan el recambio de una restauración (Bausch JR *et al.*, 1982). Fueron descritas por primera vez en la literatura dental por Bowen en 1967 (Bowen RL, 1967), pero no fue hasta los estudios de la Universidad de ACTA en Amsterdam (Holanda) entre los años 80 y 90 que se empezó a estudiar en profundidad este fenómeno (Davidson CL y de Gee AJ, 1984; Davidson CL, de Gee AJ y Feilzer AJ, 1984; Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1987; Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1989; Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1990a; Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1990b).

1.1 COMPOSICIÓN DE LAS RESINAS COMPUESTAS

La base de las resinas compuestas la forma una matriz de resina que contiene monómeros orgánicos, fotoiniciadores, coiniciadores, inhibidores de la polimerización, estabilizadores del color y pequeñas cantidades de componentes adicionales que varían dependiendo del fabricante (Bowen RL y Marjenhoff WA, 1992).

El primer monómero que se utilizó en la fabricación de composites, y que aún se usa hoy en día, es el bis-GMA (bisfenol A-glicidil metacrilato) desarrollado por Bowen en 1965 (Bowen RL, 1965). Su cadena es muy larga y por tanto de alto peso molecular (512 g/mol) (Peutzfeldt A, 1997), que junto al anillo rígido de bisfenol A presente en su composición, hace que sea un monómero muy viscoso (entre 500.000 y 800.000 MPa·s) (Moszner N y Saltz U, 2001).

La fabricación de composites con este tipo de monómero exclusivamente es inviable, ya que resultan demasiado viscosos para su uso clínico. Para solventarlo, los fabricantes añaden otros monómeros de cadenas más cortas y bajo peso molecular que funcionan como diluyentes en proporciones entre el 20 y el 50% (Barszczewska-Rybarek IM, 2009). El más habitual es el TEGDMA (triethylén glicol dimetacrilato), que debido a su baja viscosidad (100 MPa·s) y peso molecular (286 g/mol) compensa la rigidez del bis-GMA (Peutzfeldt A, 1997). En contra, también aumenta la sorción acuosa del material (Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1990b).

Existen otros monómeros que, aunque menos frecuentes, también se usan en la fabricación de las resinas compuestas. Uno de ellos es el UDMA (uretil dimetacrilato), que se suele usar en combinación con el TEGDMA, pero también es posible encontrarlo asociado al bis-GMA. Aunque el peso molecular del UDMA es muy similar al del bis-GMA (470 g/mol), las principales ventajas frente a éste son su menor viscosidad (entre 5.000 y 10.000 MPa·s) (Moszner N y Saltz U, 2001) y que la flexibilidad del enlace uretano hace que sea más resistente a la fractura (Barszczewska-Rybarek IM, 2009).

Otro monómero frecuentemente utilizado es el bis-EMA (bisfenol A-etoxidil metacrilato), que a diferencia del bis-GMA no presenta grupos hidroxilo pendientes que formen enlaces de hidrógeno entre las moléculas que hagan que se incremente la viscosidad. El bis-EMA es, por tanto, un monómero menos viscoso que el bis-GMA (Moszner N y Saltz U, 2001).

A la matriz de monómeros se le añaden partículas de relleno inorgánico para aumentar su fuerza y resistencia mecánica (Bowen RL y Marjenhoff WA, 1992). Los fabricantes han utilizado diferentes tipos, formas, tamaños, fracciones de volumen y distribuciones de estas partículas que determinan tanto las propiedades mecánicas de las resinas compuestas como el proceso de polimerización (Álvarez-Gayosso C *et al.*, 2004). La cantidad de relleno en volumen del material varía mucho dependiendo de las aplicaciones clínicas, el procesamiento del fabricante y la viscosidad de la matriz resinosa. Generalmente puede tratarse de partículas de cuarzo, tantalito, sílice, circonio, estroncio y bario entre otros (Schneider LF, Cavalcante LM y Silikas N, 2010).

Podemos clasificar las resinas compuestas de acuerdo al tamaño de partícula y así tener (Ferracane JL, 2011):

- **Composites de macrorrelleno:** normalmente contienen partículas de cuarzo de entre 10 y 20 μm , pudiendo llegar a ser de hasta 40 μm . Es el tipo de relleno de los primeros composites que cayó rápidamente en desuso por su baja resistencia al desgaste y sus pobres propiedades estéticas.
- **Composites de microrrelleno:** aparecieron en el mercado para solventar los problemas estéticos que planteaban las resinas compuestas tradicionales. Estos materiales suelen estar compuestos por partículas de sílice coloidal (alrededor del 50% en volumen) con un tamaño medio de 0,02 μm , variando entre 0,01 y 0,05 μm . Desafortunadamente, estos materiales presentaban unas propiedades mecánicas muy bajas como para poder aplicarlas en zonas de carga oclusal.
- **Composites híbridos:** este tipo de materiales presenta unas propiedades estéticas intermedias pero unas propiedades mecánicas excelentes al añadir partículas de tamaño muy variado (de 15-20 μm y de 0,01-0,05 μm).

- **Composites microhíbridos:** las partículas tienen un tamaño medio menor de 1 μm , estando en un rango de entre 0,1 y 0,6 μm . Esta distribución permite conseguir unas buenas propiedades mecánicas y una superficie de pulido excelente, lo que les hace ser considerados hoy en día los composites universales.
- **Composites de nanorrelleno:** son los composites que más recientemente se han introducido en el mercado. Las propiedades mecánicas y estéticas son muy buenas. Es difícil encontrar materiales que sean de nanorrelleno puro, ya que los fabricantes añaden partículas prepolimerizadas para aumentar el contenido en relleno. Estas partículas tienen un tamaño algo mayor, con lo que estos materiales corresponderían técnicamente al grupo de las resinas nanohíbridas. Es difícil diferenciarlas de las microhíbridas, ya que sus propiedades físicas y estéticas son muy similares.

Teniendo en cuenta que la matriz resinosa y las partículas de relleno inorgánico no tienen afinidad química, es necesario añadir a su composición un agente acoplador que mejore la adhesión entre los componentes (Bowen RL y Marjenhoff WA, 1992). El más habitual es el γ -metacriloxypropil-trietoxilano (γ -MPTS) que aumenta la humectancia de las partículas de relleno mejorando la adhesión de la interfase con los monómeros de la resina (Schneider LF, Cavalcante LM y Silikas N, 2010). Gracias al silano se mantiene la cohesión interna de dicha interfase, ya que sin él tienden a aparecer fallas por la separación de las partículas de relleno de la matriz resinosa durante el proceso de polimerización (Feng L, Suh BI y Shortall AC, 2010).

1.2 EL PROCESO DE POLIMERIZACIÓN Y LA CONTRACCIÓN

La matriz orgánica de las resinas compuestas es la parte químicamente activa del material, responsable de su transformación de una masa plástica a un sólido rígido. El sistema acelerador-iniciador del proceso más frecuente es la cánforoquinona, una amina terciaria aromática (Ferracane JL, 2011). Este componente genera radicales libres que rompen los enlaces dobles carbono-carbono entre las moléculas individuales de monómeros. A continuación se generan más radicales libres que forman enlaces

sencillos carbono-carbono entre los monómeros para crear largas cadenas de polímeros (Ferracane JL, 2005).

Idealmente, al final de la reacción debería no haber monómeros residuales, aunque su presencia es prácticamente inevitable. Cuando avanza la reacción, una vez que las cadenas poliméricas se vuelven cada vez más rígidas, se dificulta el movimiento y la reposición de las moléculas necesarias para formar nuevos enlaces. El porcentaje de monómeros que consigue romper sus enlaces dobles carbono-carbono para formar cadenas de polímeros se conoce con el nombre de grado de conversión (Dewaele M *et al.*, 2006).

Al comienzo de la reacción de polimerización, los monómeros se encuentran unos de otros a una distancia intermolecular de unos 4 Å y unidos entre sí mediante enlaces de van der Waals. Cuando los monómeros polimerizan, resultan unidos por enlaces interatómicos covalentes que representan un tercio de la distancia inicial (alrededor de 1,5 Å) (Álvarez-Gayosso C *et al.*, 2004; Dewaele M *et al.*, 2006). Por tanto, la contracción de polimerización es la consecuencia de la reorganización de las moléculas para crear una red rígida de polímeros en menos espacio del que ocupaban en el estado viscoso del material (Bausch JR *et al.*, 1982). Esta reacción supone una reducción en volumen y genera una cierta cantidad de calor (Ferracane JL, 2005).

La magnitud de la contracción de polimerización estará determinada por el grado de conversión (Bausch JR *et al.*, 1982; Dewaele M *et al.*, 2006) y varía en función del tipo de matriz (Álvarez-Gayosso C *et al.*, 2004; Gonçalves F *et al.*, 2010) y de la cantidad de relleno (Álvarez-Gayosso *et al.*, 2004; Gonçalves F, Kawano Y y Braga RR, 2010).

Con respecto al tipo de matriz, hay monómeros que, al ser más viscosos y de cadenas moleculares más largas, tienen un menor grado de conversión. Uno de ellos es el bis-GMA, cuyo anillo rígido de bisfenol A entorpece el proceso de polimerización, disminuyendo por tanto la contracción de polimerización final pero dándole a cambio unas propiedades mecánicas superiores comparadas con otros monómeros (Peutzfeldt A, 1997). Otro tipo de monómeros como el UDMA presentan un grado de conversión mayor debido a su menor viscosidad (Gonçalves F *et al.*, 2010). Al añadir diluyentes del

tipo del TEGDMA, que son mucho más activos en el proceso de polimerización, aumenta el grado de conversión a la vez que aumenta la contracción de polimerización (Barszczewska-Rybarek IM, 2009; Gonçalves F *et al.*, 2010).

En relación a la cantidad de relleno, en los materiales actuales, la contracción volumétrica varía entre un 1,65 y un 3,1% en los composites de consistencia convencional y entre un 3,5 y un 6% en los fluidos, llegando a un 13,5% en el caso de algunas resinas sin relleno (Álvarez-Gayosso C *et al.*, 2004; Labella *et al.*, 1999; Kleverlaan CJ y Feilzer AJ, 2005).

1.3 DESARROLLO DEL ESTRÉS DE CONTRACCIÓN

Si la contracción de polimerización sucediese en un solo instante y estuviese distribuida de una forma homogénea en todo el material, se podría esperar una deformación libre de estrés. Sin embargo, los movimientos internos del material se ven limitados cuando éste está adherido a alguna superficie y al deformarse genera lo que conocemos como estrés de contracción (Bausch JR *et al.*, 1982). Bowen describió el confinamiento del material en una cavidad como el factor principal asociado a dicho estrés (Bowen RL, 1967).

Se ha demostrado una relación directa entre el estrés de contracción y la integridad marginal de una restauración (Braga RR, Ferracane JL y Condon JR, 2002; Kahler B, Kotousov A y Borkowski K, 2006). Dependiendo del tamaño de la misma y de la cantidad de tejido dentario remanente, el estrés puede afectar especialmente a la interfase (Versluis A *et al.*, 2004; Barink M *et al.*, 2003; Ensaff H, O'Doherty DM y Jacobsen PH, 2001). Este fenómeno aumenta el riesgo de aparición de fallas (en inglés, *gaps*) que harían peligrar la supervivencia de la restauración (Peutzfeldt A y Asmussen E, 2004; Kakaboura A *et al.*, 2007).

La contracción que se genera durante la polimerización sucede simultáneamente a la formación de cadenas de polímeros y al aumento de la rigidez del material, definida por su módulo elástico, E (De Jager N, Pallav P y Feilzer AJ, 2005). Esta deformación del

material genera estrés de acuerdo a la ley de Hooke, que describe la relación lineal entre estrés y deformación en un sólido elástico que se suceden en un proceso dinámico (Ferracane JL, 2005). Así, los materiales con un mayor grado de conversión, una mayor contracción volumétrica y un módulo de elasticidad más alto, generarán mayores niveles de estrés durante su polimerización (Braga RR y Ferracane JL, 2002).

Sin embargo, el composite no es un sólido completamente elástico, sino que durante las primeras fases de la polimerización sufre una deformación plástica (en inglés, *flow*) que compensa, al menos parcialmente, la contracción (Davidson CL y de Gee AJ, 1984). Esta capacidad de deformación de las resinas compuestas tiene dos componentes: uno macroscópico (*flow* externo) que ocurre a nivel de las superficies libres produciendo una deformación del material en forma de menisco (Asmussen E y Peutzfeldt A, 1999; Sakaguchi RL y Ferracane JL, 1998) o concavidad (Katona TR y Winkler MM, 1994) y otro microscópico (*flow* interno), gracias a que los monómeros son capaces de recolocarse y reorientarse compensando las tensiones generadas (Davidson CL y de Gee AJ, 1984). Aparentemente, cuanto mayor es la superficie del material en contacto con las paredes cavitarias, menor es su capacidad de deformación (Davidson CL, de Gee AJ y Feilzer AJ, 1984; Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1987).

Las resinas compuestas concentran frecuentemente una cierta cantidad de poros durante el proceso de fabricación o de mezcla en el caso de los materiales de polimerización química o dual, como ocurre con los cementos de resina. Estas burbujas de aire suponen una zona interna de alivio del estrés dentro de la propia estructura del material (Alster D *et al.*, 1992).

Otra forma de compensar la contracción volumétrica, aunque de menor entidad, es a través de la expansión higroscópica del material (Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1990b). La sorción acuosa de las resinas compuestas, aún siendo hidrofóbicas de naturaleza, hace que sufran una ligera expansión sobre todo durante las cuatro primeras semanas tras su polimerización (Versluis A *et al.*, 2011). La deformación que sufre el material debido a la contracción de polimerización se ve parcialmente compensada por dicha expansión, aliviando parte de las tensiones generadas durante el proceso (Feilzer

AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1990b). El grado en que esto ocurre dependerá de la composición, del volumen de material y de su accesibilidad al agua (Wei Y *et al.*, 2011).

Otro de los elementos que influyen en la generación del estrés es el calor. Éste produce una aceleración de la reacción al estimular la movilidad molecular. A la naturaleza exotérmica de la reacción de polimerización hay que sumarle la energía adicional que aporta la lámpara de polimerización, lo que produce un sobrecalentamiento del material, que suma una cierta cantidad de estrés interno al que se produce por el propio proceso de polimerización (Ferracane JL, 2005; Dewaele M *et al.*, 2006).

1.4 CINÉTICA DE LA REACCIÓN DE POLIMERIZACIÓN

Durante la reacción de polimerización hay un momento en el que la conversión de los monómeros da paso a la formación de una red insoluble de polímeros. A este punto de inflexión en la cinética de la reacción se le denomina punto de gel.

El proceso de polimerización se puede dividir en tres fases: líquida, viscoelástica y elástica (De Jager N, Pallav P y Feilzer AJ, 2005).

La mayor parte de la contracción de polimerización se concentra en los primeros 10 segundos tras el inicio del proceso (Kim M-H *et al.*, 2010). Durante la primera fase (líquida) no se produce estrés (Barink M *et al.*, 2003; De Jager N, Pallav P y Feilzer AJ, 2005), ya que supone un periodo latente de entre 0,5 y 3 segundos tras la iniciación de la polimerización, donde la rigidez del material no es la suficiente como para que se registren fuerzas de contracción (Min S, Ferracane J y Lee I, 2010).

En la fase viscoelástica o fase pre-gel las tensiones generadas por la contracción sufren un brusco aumento (Petrovic LM y Atanackovic TM, 2008), produciendo un estrés que es aliviado por la deformación del material. En esta fase no es probable que se produzcan daños en su estructura interna o en la interfase (Dauvillier BS *et al.*, 2000). Por tanto, se podría decir que el estrés de contracción es una condición física que tiene

repercusiones clínicas tras el punto de gel, ya que hasta el momento de la gelación la contracción que sufre el material no es clínicamente relevante (Bausch JR *et al.*, 1982).

Tras el punto de gel (comienzo de la fase elástica o post-gel), la temperatura aumenta significativamente al alcanzar el punto de vitrificación, a partir del cual el material pasa de un estado gomoso a un estado vítreo (Stansbury JW *et al.*, 2005; Watts DC, 2005). No es un punto tan definido como el de gel, pero la vitrificación es un estado durante el que el aumento del grado de conversión hace que aumente el módulo elástico del material y se produzca un dramático incremento del estrés (De Jager N, Pallav P y Feilzer AJ, 2005). El aumento del módulo de elasticidad hace que el límite elástico del composite alcance un punto donde el material no tiene capacidad de aliviar las tensiones generadas por su reducción volumétrica mediante el *flow* (Davidson CL y de Gee AJ, 1984; Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1990a). Así, el estrés se concentra en el estadio final de la polimerización (Barink M *et al.*, 2003; Stansbury JW *et al.*, 2005). Sin embargo, el grado de conversión no aumenta significativamente al final a pesar de que la contracción del material continúa hasta 24 horas después de que la luz inicie el proceso (Truffier-Boutry D *et al.*, 2006).

La cinética de la reacción está determinada por la cantidad de enlaces y el grado de entrecruzamiento que se forma por unidad de tiempo (medida en grado de conversión/segundo), lo que se conoce como velocidad de polimerización o de curado (Braga RR y Ferracane JL, 2002).

Al llegar al punto de gel, el ritmo de conversión de los monómeros sufre un incremento agudo mediante un fenómeno conocido como auto-aceleración, efecto de gel o efecto de Trommsdorf-Norrish, que surge como consecuencia del incremento de la viscosidad y temperatura del medio causadas por la rápida formación de polímeros (Watts DC, 2005). La velocidad de la reacción está relacionada con la generación de estrés, ya que cuanto más rápida es, menos tiempo tiene el material para sufrir deformaciones que alivien el estrés antes de llegar al punto de gel (Braga RR y Ferracane JL, 2002). En definitiva, si la fase pre-gel es larga hay más tiempo desde el comienzo de la reacción hasta la gelación. Es por tanto mayor la capacidad de deformación del material,

menor el estrés máximo alcanzado, menor el módulo elástico y se consiguen mayores valores de resistencia adhesiva (Ilie N, Kunzelmann K-H, Hickel R, 2006).

Las propiedades visco-elásticas de las resinas compuestas se desarrollan mucho más rápido que en otro tipo de materiales, como los cementos de ionómero de vidrio, lo que hace que disminuya su capacidad de aliviar el estrés de contracción mediante deformación en la fase viscosa (Dauvillier BS *et al.*, 2000; Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1988). En el caso de los materiales fotopolimerizables, los iniciadores y los inhibidores regulan tanto el grado de conversión como la cinética de la reacción (Braga RR y Ferracane JL, 2002; Venhoven BAM, de Gee AJ y Davidson CL, 1996).

El final del proceso tiene lugar durante la fase de autodeceleración, donde los monómeros disponibles cada vez son menos, se satura la formación de nuevos enlaces y se alcanza el máximo grado de conversión de una forma autolimitante (Watts DC, 2005).

1.5 FACTORES QUE DETERMINAN LA CONTRACCIÓN DE POLIMERIZACIÓN

La reducción en volumen de las resinas compuestas está íntimamente relacionada con el grado de conversión, de tal forma que la contracción se incrementa con el número de enlaces covalentes presentes tras la polimerización (Álvarez-Gayosso C *et al.*, 2004; Dewaele M *et al.*, 2006). Un menor grado de conversión final implicaría valores más bajos de contracción y de estrés pero se comprometerían las propiedades mecánicas del material y la estabilidad del color. Sin embargo, niveles de conversión muy altos no mejoran necesariamente el rendimiento de las restauraciones de resinas compuestas a largo plazo (Watts DC, 2005).

El grado de conversión y la contracción volumétrica resultante dependen de distintos factores:

En primer lugar, el **tipo de matriz**, ya que la cantidad, movilidad relativa, peso molecular y funcionalidad de los monómeros determinan la contracción del material (Álvarez-Gayosso C *et al.*, 2004; Dewaele M *et al.*, 2006; Watts DC, 2005). Cuanto mayor

es el peso molecular de los monómeros, menos enlaces dobles habrá por unidad de peso y alcanzan un menor grado de conversión, de forma que sufren menos contracción (Álvarez-Gayosso C *et al.*, 2004; Atai M, Watts DC y Atai Z, 2005; Amirouche-Korichi A, Mouzali M y Watts DC, 2009).

Los monómeros con mayor peso molecular son los bifuncionales, siendo el de mayor peso el bis-GMA. Es éste un monómero muy viscoso con un grado de conversión bajo, lo que produce una baja contracción volumétrica (Kim LU, Kim JW y Kim CK, 2006; Gonçalves F *et al.*, 2008a). El UDMA y el bis-EMA tienen un peso molecular medio (Gonçalves F *et al.*, 2008a). El TEGDMA, debido a su bajo peso y alta concentración de enlaces dobles, produce más enlaces covalentes durante su polimerización, con lo que es el monómero que sufre una mayor contracción (Álvarez-Gayosso C *et al.*, 2004; Dewaele M *et al.*, 2006). Un recurso de fabricación bastante utilizado es añadir monómeros de TEGDMA al bis-GMA o al UDMA, haciendo que la mezcla sea menos viscosa, más manejable y que permita introducir una mayor cantidad de relleno (Gonçalves F *et al.*, 2010). Por otro lado, aumenta la sorción acuosa (Kim LU, Kim JW y Kim CK, 2006) y el grado de conversión, y con él, la contracción de polimerización, ya que es un monómero muy reactivo (Stansbury JW *et al.*, 2005). Lo mismo ocurre con el TTEGDMA (tetraetilén-glicol dimetacrilato), un nuevo monómero que se usa como diluyente pero que su gran reactividad hace que aumente significativamente la contracción de polimerización de las resinas que lo contienen (Rüttermann S *et al.*, 2010).

Los monómeros monofuncionales como el MMA (metilmetacrilato), el HEMA (hidroxietilmetacrilato) y el HPMA (hidroxipropilmetacrilato) son menos reactivos que los bifuncionales (Atai M, Watts DC y Atai Z, 2005).

En 2005, Weinmann y colaboradores (Weinmann W, Thalacker C y Guggenberger R, 2005) describieron la síntesis de un nuevo sistema de monómeros muy prometedor, el silorano, obtenido de la reacción de moléculas de siloranos y oxiranos. La polimerización de la matriz resinosa libre de monómeros corre a cargo de la apertura de un anillo catiónico de la molécula de oxirano, haciendo que la contracción volumétrica

esté alrededor del 1% (Weinmann W, Thalacker C y Guggenberger R, 2005), siendo significativamente menor que cualquier otro composite actual (Boaro LC *et al.*, 2010). El silorano presenta compatibilidad únicamente con su sistema adhesivo específico (Duarte S Jr *et al.*, 2009) y la capa híbrida que forma con la dentina es similar a la que forman los adhesivos autograbantes de un solo paso (Santini A y Miletic V, 2008). Dado que las propiedades físicas de este material son similares a las de las resinas compuestas a base de metacrilatos (Lien W y Vandewalle KS, 2010), su comportamiento clínico es aceptable para su uso como materiales de restauración (Ilie N y Hickel R, 2009).

También en 2005 se comenzaron a desarrollar unos materiales a base de tiolenos como alternativa a los convencionales basados en metacrilatos (Lu H *et al.*, 2005). Proceden de la adición de un radical tiil a un grupo funcional eno. Los tiolenos tienen una cinética más favorable que las resinas compuestas, ya que presentan una velocidad de polimerización más lenta, un grado de conversión mayor y una sensibilidad a la inhibición por el oxígeno muy baja (Cramer NB *et al.*, 2010). Quizás de los aspectos más importantes es que contraen muy poco durante su polimerización y alcanzan el punto de gel más tarde que las resinas compuestas. Este retraso permite que casi toda la contracción suceda en la fase pre-gel, lo que hace disminuir drásticamente el estrés de contracción final (Lu H *et al.*, 2005). Esto, unido a sus buenas propiedades mecánicas (Cramer NB *et al.*, 2010) y su baja sorción acuosa (Boulden JE, 2011), hace que se espere de ellos un mejor comportamiento clínico y una mayor durabilidad en el tiempo, respecto a las de las resinas compuestas de hoy en día.

En segundo lugar, otros factores que influyen en la contracción de polimerización son la **microestructura del material** (distribución de las partículas de relleno, morfología de dichas partículas y microfisuras o burbujas preexistentes en la masa del material) y el **volumen de la carga inorgánica** que posee (Labella R *et al.*, 1999).

Con una menor cantidad de relleno la resina contrae más, ya que hay proporcionalmente una mayor cantidad de monómeros disponibles para formar enlaces (Álvarez-Gayosso C *et al.*, 2004; Atai M y Watts DC, 2006; Baroudi K *et al.*, 2007). Es por esta razón que los composites fluidos, al tener mucha menor carga de relleno, tienden a

contraer más que los condensables, pero menos que los adhesivos y otras resinas sin carga (Labella R *et al.*, 1999; Kleverlaan CJ y Feilzer AJ, 2005).

El tamaño de partícula también afecta la contracción de polimerización, ya que las partículas grandes disminuyen la movilidad de los monómeros y los radicales libres, produciendo un grado de conversión menor (Atai M y Watts DC, 2006; Satterthwaite JD, Vogel K y Watts DC, 2009). De esta forma, los materiales con partículas de relleno de menor tamaño, al alcanzar mayores grados de conversión, también inducen una mayor contracción volumétrica (Satterthwaite JD, Vogel K y Watts DC, 2009). No se encuentran diferencias entre los valores de contracción de los actuales composites microhíbridos y de nanorrelleno (Cadenaro M *et al.*, 2008; Calheiros FC *et al.*, 2004a). Los que sí presentan valores significativamente menores son aquellos composites comercializados “de baja contracción” (Cadenaro M *et al.*, 2008; Marchesi G *et al.*, 2010) y los de microrrelleno (Labella R *et al.*, 1999), ya que tienen un módulo de elasticidad bajo y un menor grado de conversión que los composites híbridos (Calheiros FC *et al.*, 2004a).

La forma de las partículas también influye. Los composites con partículas de relleno redondeadas sufren menos contracción que las que tienen forma irregular (Satterthwaite JD, Vogel K y Watts DC, 2009; Rodrigues Jr SA *et al.*, 2007).

Las partículas opacificadoras que se incluyen en el relleno para mejorar su radiopacidad hacen que disminuya el grado de conversión, y con él, la contracción de polimerización (Amirouche-Korichi A, Mouzali M y Watts DC, 2009).

La contracción volumétrica resultante también depende en gran manera de las **propiedades mecánicas** del material, en concreto del módulo de elasticidad, su microdureza Knoop y su viscosidad (Li J *et al.*, 2009).

Si el módulo elástico del material es muy bajo se deformará fácilmente con la masticación. Si por el contrario es muy alto, no podrá absorber el estrés de la carga oclusal. Para sobrevivir en el entorno oral, los materiales de restauración ideales deberían tener un módulo elástico similar al de la dentina (alrededor de 18 GPa) (Mesquita RV, Axmann D y Geis-Gerstorfer J, 2006). Con un mayor contenido en relleno

el módulo de flexión y de elasticidad de los composites aumenta significativamente (Labella R *et al.*, 1999; Rodrigues Jr SA *et al.*, 2007; Mesquita RV, Axmann D y Geis-Gerstorfer J, 2006) pero disminuye la contracción, ya que hay una menor proporción de monómeros (Kleverlaan CJ y Feilzer AJ, 2005). En contra, los composites fluidos presentan un módulo elástico mucho más bajo y una mayor contracción volumétrica que los de consistencia normal (Labella R *et al.*, 1999; Kleverlaan CJ y Feilzer AJ, 2005).

La microdureza Knoop del material tiene una relación directa con la contracción, estando además relacionada con el módulo de Young y la viscosidad (Li J *et al.*, 2009).

La viscosidad es la resistencia de un líquido a fluir, y está relacionada con las interacciones moleculares (Charton C *et al.*, 2007). Las propiedades viscoelásticas del sistema de monómeros juegan un papel muy importante en el comportamiento de la contracción (Dauvillier BS *et al.*, 2000; Li J *et al.*, 2009). La estructura química del bis-GMA contiene un núcleo rígido central compuesto por un grupo hidroxilo que es capaz de formar enlaces intermoleculares de hidrógeno que impiden el deslizamiento de los monómeros. Cuando la resina es muy viscosa (como lo es la que está compuesta de bis-GMA o en mezclas cuya proporción supera el 75-80%) se produce un descenso del grado de conversión, ya que la movilidad de los monómeros es menor (Charton C *et al.*, 2007). Cuanto mayor es la movilidad molecular (monómeros de baja viscosidad como el TEGDMA), mayor es el tiempo que tarda el material en alcanzar el estado vítreo, con lo que se alargaría el punto de gel comparado con mezclas de monómeros más viscosas (Hadis MA *et al.*, 2010). Esto significa un mayor grado de conversión y por tanto una mayor contracción de polimerización (Charton C *et al.*, 2007). En definitiva, el uso de materiales más viscosos reduce la contracción (Watts DC y Al Hindi A, 1999). El coeficiente de Poisson del material también ha de ser tenido en cuenta, ya que también influye en la contracción de polimerización (Kahler B, Kotousov A y Borkowski K, 2006).

Otro factor que influye en el grado de conversión y por tanto en la contracción de polimerización de las resinas compuestas es la **velocidad de polimerización o de curado**, que está determinada por la concentración de activadores e inhibidores presentes en su composición (Watts DC, 2005). En general, la reacción es más rápida cuando aumenta la

concentración de fotoiniciadores (Venhoven BAM, de Gee AJ y Davidson CL, 1996). Sin embargo, los grados de conversión más altos se consiguen con velocidades de polimerización lentas, ya que cuanto más despacio sucede la reacción, más monómeros consiguen polimerizar (Pfeifer CS *et al.*, 2008).

La velocidad de la reacción también está influenciada por el tipo de monómeros presentes. El bis-GMA presenta una velocidad de polimerización lenta debido a su viscosidad, el UDMA es el que tiene una mayor rapidez en la conversión y son los monómeros monofuncionales (MMA, HEMA, HPMA) los de polimerización más lenta (Atai M, Watts DC y Atai Z, 2005).

Por otra parte, la velocidad también está determinada por el contenido en relleno. Las partículas de relleno impiden la movilidad molecular, así que cuanto menor es el porcentaje en volumen de partículas, más rápida es la reacción (Atai M y Watts DC, 2006; Baroudi K *et al.*, 2007).

Por último, existen diferencias en la cinética de la reacción entre las resinas foto y autopolimerizables (Bouschlicher MR, 1997), pero los materiales del mismo grupo no presentan diferencias significativas entre sí (Labella R *et al.*, 1999).

La **irradiancia** es la magnitud utilizada para describir la potencia incidente de luz por unidad de superficie, y también influye en la contracción de los composites. Podemos modular la irradiancia con mayores o menores intensidades de luz. Con irradiancias altas disminuye el grado de conversión, ya que aumenta la velocidad de polimerización y los monómeros disponen de menos tiempo de reacción (Pfeifer CS *et al.*, 2008). De hecho, la velocidad de la reacción es proporcional a la raíz cuadrada de la intensidad de luz absorbida (Watts DC, 2005).

A una misma intensidad de luz, con un mayor tiempo de exposición se alcanzan grados de conversión más altos y una mayor rigidez del material que se corresponden con una mayor contracción en volumen (Braga RR y Ferracane JL, 2002; Bouschlicher MR, 1997), pero la velocidad a la que ocurre la reacción es la misma. Sin embargo, la reacción de polimerización se satura por encima de una determinada irradiancia sin

mejorar sus propiedades mecánicas como podría pensarse (Calheiros FC *et al.*, 2004a). Al contrario, tiempos de exposición cortos sí tienen efectos negativos en el grado de conversión final (Pfeifer CS *et al.*, 2008).

Por último, la **humedad** y, especialmente, la **temperatura** son otros factores que influyen en los valores de contracción. Con una mayor humedad atmosférica se retarda la polimerización y las propiedades mecánicas de las resinas se ven afectadas (Hartwig A, 2002). Asimismo, si aumenta la temperatura aumenta también la contracción del material (Elhejazi AA, 2006), así como la velocidad de la reacción acortándose el tiempo en el que se alcanza el punto de gel (Bausch JR *et al.*, 1982; Atai M y Watts DC, 2006). Concretamente, estos parámetros aumentan significativamente cuando el material polimeriza por encima de 37°C (Baroudi K *et al.*, 2007). Además, cuando aumenta la temperatura aumenta el módulo elástico del material, sobre todo en los composites con bajo contenido en relleno (Mesquita RV, Axmann D y Geis-Gerstorfer J, 2006).

1.6 FACTORES QUE AFECTAN AL DESARROLLO DEL ESTRÉS DE CONTRACCIÓN

El principal objetivo de la investigación en contracción de polimerización es entender y predecir su desarrollo y sus efectos. Sin embargo, dicho desarrollo no se puede medir directamente y los valores de contracción total de los materiales de resina compuesta no son extrapolables para calcularlo (Versluis A *et al.*, 2004). Sería más orientativa (aunque no del todo exacta) la contracción post-gel que sufre el material para predecir el estrés y por tanto las deformaciones que sufrirá el material, diente e interfase. De hecho, existen estudios que demuestran que reducir la contracción de los composites no garantiza la reducción del desarrollo del estrés (Marchesi G *et al.*, 2010). Éste es el resultado de la combinación de tantos factores que es muy complicada su predicción, sobre todo teniendo en cuenta además que se encuentra localizado y que en una misma restauración podemos tener zonas con altos valores de estrés y otras con bajos. La adaptación marginal se ve afectada sobre todo por el estrés, más que por la contracción volumétrica del material (Papadogiannis D *et al.*, 2009).

El estrés de contracción es una condición física que depende de la combinación de las propiedades del material, la geometría de la cavidad y un conjunto de condiciones establecidas en la restauración que siguen las leyes universales de la mecánica (Versluis A *et al.*, 2004). La mayoría de los factores que determinan la contracción de polimerización afectan también al estrés que desarrolla el material, aunque no siempre de la misma manera. Conviene tener en cuenta que no toda la contracción del material contribuye al estrés de contracción, ya que parte se alivia en la fase pre-gel y que hay muchos factores que lo modulan (Versluis A *et al.*, 2004).

El contenido del relleno y la composición de la matriz determinan en parte el estrés de contracción que desarrolla un material a partir de su grado de conversión, contracción volumétrica y módulo elástico (Braga RR y Ferracane JL, 2002; Pfeifer CS *et al.*, 2008; Braga RR, Ballester RY y Ferracane JL, 2005). En general, cuanto más alto es el grado de conversión mayor será la contracción volumétrica y el módulo elástico del material, alcanzando mayores niveles de estrés (Braga RR y Ferracane JL, 2002; Amirouche-Korichi A, Mouzali M y Watts DC, 2009).

La **composición química de la matriz** afecta significativamente las propiedades mecánicas del material (Barszczewska-Rybarek, 2009) y por tanto también al estrés de contracción que desarrolla (Gonçalves F *et al.*, 2008a; Calheiros FC *et al.*, 2004a; Pfeifer CS *et al.*, 2008). En general, proporciones altas de bis-GMA en la composición producen un bajo estrés de contracción (Amirouche-Korichi A, Mouzali M y Watts DC, 2009). Al añadir diluyentes como el TEGDMA o el bis-EMA para mejorar la viscosidad del material aumenta también el estrés, ya que son monómeros que consiguen aumentar la movilidad molecular (Atai M, Watts DC y Atai Z, 2005; Gonçalves F *et al.*, 2008a; Charton C *et al.*, 2007).

Como alternativa a las resinas compuestas basadas en dimetacrilatos, los siloranos producen un menor estrés de contracción. El mecanismo de polimerización compensa el estrés abriendo un anillo oxirano durante el proceso, que retrasa el punto de gel (Weinmann W, Thalacker C y Guggenberger R, 2005), alargando así la fase anterior donde se alivian la mayor parte de las tensiones generadas (Ilie N *et al.*, 2007). Esto

permite reducir hasta en un 27% el estrés de contracción comparado con resinas compuestas convencionales, teniendo un módulo de elasticidad similar (Ilie N *et al.*, 2007).

Con respecto al **relleno**, el estrés es proporcional a la cantidad que contiene el material. Cuando aumenta la proporción en relleno aumenta también el módulo elástico y con él el estrés, pero disminuye la contracción en volumen del material (Kleverlaan CJ y Feilzer AJ, 2005; Gonçalves F *et al.*, 2008a; Mesquita RV, Axmann D y Geis-Gerstorfer J, 2006). Estudios recientes ponen de manifiesto la importancia del módulo elástico en el desarrollo del estrés de contracción, ya que en ocasiones condiciona el comportamiento del material más que la propia contracción volumétrica (Boaro LC *et al.*, 2010).

Con respecto al tamaño de partícula, los composites de microrrelleno desarrollan menos estrés de contracción que los híbridos, ya que alcanzan un menor grado de conversión y tienen un módulo de elasticidad menor (Bouschlicher MR, 1997; Braga RR, Hilton TJ y Ferracane JL, 2003; Gonçalves F *et al.*, 2008b). Sin embargo, no se ha encontrado relación entre el grado de conversión y el estrés de contracción en los composites fluidos, ya que es un parámetro dependiente del material (sí ocurre en los composites de consistencia normal pero no en los fluidos) (Baroudi K *et al.*, 2007).

La forma de las partículas de relleno también influye en el desarrollo del estrés de contracción. Las de forma redondeada tienden a distribuir el estrés más uniformemente que las partículas de forma irregular que presentan ángulos agudos donde pueden comenzar microfisuras en la estructura interna del material (Satterthwaite JD, Vogel K y Watts DC, 2009; Rodrigues Jr SA *et al.*, 2007).

El estrés está directamente relacionado con el nivel de confinamiento del material, que tiene que ver con la **configuración cavitaria**.

Los valores de estrés de contracción varían de acuerdo a la relación entre la superficie adherida y la libre del material. Esta relación se ha denominado factor de configuración o factor C (Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1987) y el cómo influye en la generación del estrés de contracción es un tema de intenso debate desde hace años.

De hecho, sólo en los sistemas rígidos de medición del estrés de contracción que no permiten deformaciones se encuentra una relación directa entre el confinamiento del material y la generación de estrés, donde factores C altos corresponden a valores altos de estrés de contracción (Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1987).

Hipotéticamente, un área libre amplia podría facilitar la deformación plástica del material durante la polimerización antes de alcanzar el punto de gel, reduciendo así los valores finales de estrés (Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1990a). Cuando el material está limitado en las tres dimensiones del espacio, en un sistema rígido, éste sufre un mayor estrés de contracción porque la deformación que alivia las tensiones generadas es menor que cuando está adherido a una sola superficie. En estos casos, la calidad de la adhesión conseguida previamente a la contracción del material será crucial para evitar defectos en la interfase (Davidson CL, de Gee AJ y Feilzer AJ, 1984).

Este efecto se consolida cuando los resultados de fuerza de resistencia adhesiva de un material en una cavidad son menores que cuando se adhiere el mismo material a una superficie plana (Yoshikawa T *et al.*, 1999; Nikaido T *et al.*, 2002), presuntamente por la aparición de una mayor cantidad de fallas en la interfase y un estrés de contracción más alto (Yoshikawa T *et al.*, 1999). Sin embargo, hay autores que preconizan que la relación entre las superficies libres y adheridas no predice los niveles de estrés de contracción de una forma consistente (Versluis A *et al.*, 2004; Miguel A y Macorra JC, 2001). El estrés de contracción está inversamente relacionado con el factor C cuando se usan sistemas elásticos que permiten deformaciones, simulando situaciones clínicas más reales (Pfeifer CS *et al.*, 2008; Bouschlicher MR, 1997; Miguel A y Macorra JC, 2001; Watts DC, Marouf AS y Al-Hindi AM, 2003).

Así, en un estudio clínico reciente donde se evaluaron 90 restauraciones de clase I a los 12 años de su realización, se demostró que, a pesar de ser restauraciones con un factor de configuración desfavorable asociado al estrés de contracción, las restauraciones presentaban un comportamiento clínico excelente con las técnicas realizadas (Van Dijken JWV, 2010). Ciertamente, el factor C parece ser un concepto teórico que tiene más relevancia en el laboratorio que en la clínica.

La **rigidez o flexibilidad del sustrato de adhesión** determina también los niveles de estrés (Alster D *et al.*, 1997a). Los sistemas elásticos de medición del estrés se asemejan a lo que ocurre clínicamente, ya que tanto el esmalte como la dentina también lo son (Huo B, 2005). Existe la tendencia a registrar mayores niveles de estrés a medida que disminuye la capacidad de deformación del sistema (Gonçalves F *et al.*, 2008b; Laughlin GA, Williams JL y Elick D, 2002). El estrés está inversamente relacionado con la deformación del sustrato (Alster D *et al.*, 1997a; Witzel MF *et al.*, 2007) y directamente relacionado con el confinamiento transversal del material (Gonçalves F *et al.*, 2008b).

Análisis de elementos finitos determinan que los niveles de estrés aumentan cuanto mayor es la restauración, concentrándose en el tejido dentario remanente antes que en el propio material o en la interfase (Versluis A *et al.*, 2004). La resistencia de la estructura dental a la deformación producida por la contracción determina el estrés residual. Al eliminar tejido duro del diente, éste disminuye su rigidez, aumenta su deformación (pudiendo ocurrir la deflexión cuspeada) y consecuentemente aumenta el estrés concentrado en el diente (Tantbirojn D *et al.*, 2004).

Es por esta razón que los adhesivos se comportan de una forma algo distinta a como lo hacen el resto de resinas compuestas en cuanto al desarrollo del estrés. Son los materiales a base de metacrilatos que más contraen (Labella R *et al.*, 1999), pero el desarrollo del estrés varía según el sustrato sobre el que se encuentran.

Cuando se mide el estrés de contracción en una máquina de tracción universal con el material adherido a superficies de metal o cristal, éste se desarrolla de una forma continua e incremental desde el momento en el que se aplica la luz que inicia la polimerización (Hashimoto M *et al.*, 2006). Sin embargo, cuando el sustrato de adhesión es la dentina, el estrés que sufre el sistema adhesivo aumenta durante el primer minuto tras el inicio de la fotopolimerización seguido de un decrecimiento continuo (Bolhuis PB, 2006; Hashimoto M, de Gee AJ y Feilzer AJ, 2008; Hashimoto M, Nakamura K y Feiler AJ, 2009). Este descenso se debe al movimiento del fluido dentinario hacia la capa híbrida y al agua y restos de solventes que están presentes a pesar de la aplicación de aire durante la técnica adhesiva. Esto no ocurre cuando el sustrato es el esmalte, ya que la

mayoría del agua y los solventes desaparecen al secar la superficie (Hashimoto M, de Gee AJ y Feilzer AJ, 2008) o cuando la humedad de la dentina desaparece por una aplicación excesiva de aire, ya que al desecar el sustrato se produce un incremento continuo del estrés (Hashimoto M, Nakamura K y Feiler AJ, 2009).

La disminución del estrés de contracción también varía dependiendo del tipo de adhesivo, ya que los de grabado ácido total se colocan sobre un sustrato donde los túbulos dentinarios están abiertos y por tanto la dentina es más permeable, haciendo que descienda el pico máximo de estrés hasta un 70% (Hashimoto M *et al.*, 2006). Con los adhesivos autograbantes, en cambio, al no eliminarse el barrillo dentinario completamente, sino que lo modifican y se mezclan con él, los túbulos quedan sellados y la dentina sólo permite que decrezca el estrés un 30% de su máximo alcanzado (Hashimoto M *et al.*, 2006; Hashimoto M, de Gee AJ y Feilzer AJ, 2008).

El **volumen** de composite que contrae también determina la cantidad de estrés que se genera, pero variará según la flexibilidad del método que lo mida (De Jager N, Pallav P y Feilzer AJ, 2005; Alster D *et al.*, 1997a; Witzel MF *et al.*, 2007).

Cuando se mide la contracción de polimerización con sistemas elásticos, un mayor volumen hace que el material alcance valores más altos de tensión máxima (De Jager N, Pallav P y Feilzer AJ, 2005; Miguel A y Macorra JC, 2001). Capas más gruesas de material concentran un mayor nivel de estrés (alrededor de un 11-15% más) (Watts DC, Marouf AS y Al-Hindi AM, 2003; Watts DC y Satterthwaite JD, 2008) y capas más finas y uniformes como las de los cementos sufren un menor estrés de contracción (De Jager N, Pallav P y Feilzer AJ, 2005).

Sin embargo, cuando el sistema no permite deformaciones, el desarrollo del estrés de contracción es inversamente proporcional al grosor de la capa de composite (Davidson CL, van Zeghbroek L y Feilzer AJ, 1991; Witzel MF, Braga RR y Ballester RY, 2005; Alster D *et al.*, 1997b). Esto se explica porque una capa muy fina de material hace que disminuya la capacidad de deformación que alivie las tensiones generadas (Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1989; Witzel MF *et al.*, 2007; Davidson CL, van Zeghbroek L y Feilzer AJ, 1991). Las fuerzas tangenciales derivadas del estrés limitan los movimientos

de reorganización de las moléculas en sentido transversal, siendo las responsables de los posibles fallos cohesivos en el material (Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1987). Wang y colaboradores (Wang Y *et al.*, 2007) afirman incluso que el mayor estrés residual que acumulan las capas más finas de material, como es el caso de los cementos de resina, puede llegar a inducir microfisuras en las restauraciones cerámicas que retienen. El grosor del material determina en parte el patrón de distribución de las fuerzas de contracción. De hecho, en capas finas son más frecuentes las fracturas cohesivas mientras que en capas gruesas es más frecuente el fallo adhesivo (Watts DC, Marouf AS y Al-Hindi AM, 2003; Alster D *et al.*, 1995).

La extensión del material también determina los niveles de estrés de contracción, alcanzando valores más altos en mayores dimensiones (Witzel MF *et al.*, 2007; Witzel MF, Braga RR y Ballester RY, 2005; Lee IB *et al.*, 2006).

Otro de los factores que influyen en el desarrollo del estrés es la **velocidad de contracción**, ya que cuanto más rápida es, mayor es el estrés que genera (Watts DC, 2005). Kinomoto y colaboradores (Kinomoto Y *et al.*, 1999) señalaron la velocidad de contracción como un factor muy importante en el desarrollo del estrés mediante el análisis fotoelástico. Este método permite ver un patrón de distribución del estrés muy similar en los materiales foto y autopolimerizables, pero la magnitud es mayor en los de activación lumínica. Asimismo, la velocidad de contracción es mayor en los composites fluidos, ya que al tener una mayor proporción de monómeros, hay más enlaces dobles disponibles y la polimerización sucede más rápidamente (Álvarez-Gayosso C *et al.*, 2004). La presencia de TEGDMA también hace que se incremente la velocidad de contracción (Álvarez-Gayosso C *et al.*, 2004).

La velocidad de contracción está regulada a su vez por la **cinética de la reacción o velocidad de polimerización o de curado**. Una mayor velocidad de polimerización implica que el composite alcance antes el punto de gel, llegando rápidamente a una rigidez que impide el alivio del estrés por la deformación plástica del material (Kleverlaan CJ y Feilzer AJ, 2005; Dauvillier BS *et al.*, 2000). En contra, una velocidad de polimerización lenta produce una reducción significativa del estrés de contracción final

(Braga RR y Ferracane JL, 2002; Ilie N, Kunzelmann K-H, Hickel R, 2006). La velocidad de la reacción viene determinada por el tipo de material (si es auto o fotopolimerizable), por el tipo de fotoiniciadores y por la concentración de iniciadores o inhibidores en su composición (Watts DC, 2005; Venhoven BAM, de Gee AJ y Davidson CL, 1996). Debido a la rapidez con la que se sucede la conversión, los composites fotopolimerizables desarrollan un mayor estrés de contracción comparado con los materiales de activación química, que tienen un esquema de polimerización más lento (Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1993).

También la versión dual de los cementos de resina produce un mayor estrés de contracción, cuando son polimerizados mediante la aplicación de luz, que si polimerizan químicamente (Braga RR, Ferracane JL y Condon JR, 2002). A cambio, las fuerzas de resistencia adhesiva maduran antes en los cementos de polimerización dual que en los autopolimerizables, con lo que son los materiales de elección hoy en día debido a que resisten mejor el estrés de contracción y presentan un mayor grado de conversión (Spinell T, Schedle A y Watts DC, 2009).

Con respecto a la **composición**, Braga y Ferracane (Braga RR y Ferracane JL, 2002) examinaron materiales experimentales con diferentes concentraciones de fotoinhibidor (BHT = 2,6-dieter-butil-4-metilfenol) y demostraron que al aumentar su concentración se reducía la velocidad de polimerización y con ella el estrés de contracción sin comprometer el grado de conversión final. Recientemente, Schneider y colaboradores (Schneider LF *et al.*, 2008) demostraron que el uso de fenilpropidiona como fotoiniciador alternativo, combinado con la cánforoquinona, reduce la tasa de desarrollo de estrés sin alterar las propiedades del material.

La **irradiancia** también tiene un papel importante en el desarrollo del estrés de contracción. Más concretamente, afecta directamente a la velocidad a la que sucede la contracción. Así, una mayor intensidad lumínica supone un mayor estrés (Braga RR y Ferracane JL, 2002; Elhejazi AA, 2006). Esto es debido a que se alcanza antes el punto de gel al aumentar la velocidad de polimerización y se acorta la fase en la que el material alivia el estrés mediante la deformación. Al contrario de lo que se podría pensar, el uso

de altas intensidades de luz no significa necesariamente un aumento del grado de conversión, pero sí produce significativos incrementos del estrés de contracción (Calheiros FC *et al.*, 2004a).

La velocidad de contracción depende por tanto de la intensidad de la luz pero no tanto del tiempo de exposición. Con el fin de conseguir un grado de conversión óptimo con respecto a las propiedades mecánicas del material y minimizar la cantidad de estrés de contracción, clínicamente sería más aceptable disminuir la potencia y aumentar el tiempo de exposición. Así, patrones de polimerización que comienzan por intensidades bajas que van aumentando progresivamente producen menores niveles de estrés sin variar la contracción volumétrica ni el grado de conversión y mejoran las propiedades mecánicas del material, lo que se traduce en una mejor adaptación marginal y mantenimiento de la integridad de la interfase (Sakaguchi RL, Wiltbank BD y Murchinson CF, 2004a).

La **selección del material** también influye en el estrés. Hay combinaciones de productos (adhesivo y material restaurador) que producen un desarrollo del estrés de contracción significativamente menor que otros (Bolhuis PB, 2006).

1.7 MÉTODOS PARA MEDIR LA CONTRACCIÓN DE POLIMERIZACIÓN

Se han descrito muchos y muy diversos métodos para medir la contracción de las resinas compuestas, pero siempre es difícil comparar los resultados publicados en la literatura por distintos laboratorios que usan metodologías y operadores diferentes (Sakaguchi RL, Wiltbank BD y Shah NC, 2004).

Aunque no proporciona la información más significativa y clínicamente relevante, el método más utilizado para medir la contracción volumétrica es el **dilatómetro**, descrito por primera vez por Smith y Schoonover en 1953 (Smith DL y Schoonover IC, 1953) y modificado por de Gee y Davidson en 1981 (de Gee AJ y Davidson CL, 1981). Este dispositivo mide los cambios dimensionales multidireccionales del material que corresponden a la contracción volumétrica. Sus resultados se consideran como la

contracción total (pre y post-gel) que sufre el material e incluso son indicativos de su comportamiento clínico. Sin embargo, presenta inconvenientes difíciles de solventar, como es la complejidad del sistema y la preparación de las muestras, su alto coste y su alta sensibilidad a la temperatura. Pequeños cambios térmicos influyen en el volumen del líquido (ya sea mercurio o agua), lo que conlleva un amplio margen de error (Sakaguchi RL, Wiltbank BD y Shah NC, 2004).

En 1991 Watts y Cash desarrollaron el **método de deflexión de disco** (Watts DC y Cash AJ, 1991) basado en el concepto descrito por Wilson en 1978 (Wilson HJ, 1978). Es relativamente fácil de usar y no precisa instrumental muy caro. La contracción se mide indirectamente monitorizando la deflexión de una fina lámina de vidrio sobre la que está colocado un disco de composite con un transformador diferencial de variable lineal conectado a un ordenador. Los valores obtenidos son el resultado de los cambios dimensionales del material en el eje axial. Este método permite extrapolar estas mediciones para calcular la contracción volumétrica de la resina compuesta siempre que el disco de material tenga las dimensiones óptimas de 1 mm de espesor y entre 7 y 9 mm de diámetro (Watts DC y Marouf AS, 2000). Tiene la ventaja de poder hacer mediciones a diferentes temperaturas e intensidades de luz (Álvarez-Gayosso C *et al.*, 2004). Los resultados demuestran la fiabilidad del método y que los datos de contracción volumétrica son comparables a los obtenidos con un dilatómetro (Atai M y Watts DC, 2006).

Algunos métodos registran sólo la contracción post-gel, cuando comienza la fase elástica del material. Para ello se precisan sensores que ignoren la deformación durante la fase viscosa y sean sensibles sólo a la contracción de un sólido con un nivel de rigidez medible. El primer sensor fue la **banda extensiométrica**, utilizada por Sakaguchi y colaboradores en 1991 (Sakaguchi RL *et al.*, 1991). Sin embargo, no mide el estrés que se genera con la contracción de polimerización de una forma uniforme (Sakaguchi RL y Ferracane JL, 1998) y la rigidez de la banda hace que sólo sea sensible cuando el módulo elástico del material supera el suyo propio, de forma que se registran valores de contracción más bajos que cuando se usan otros métodos como el dilatómetro o el método de la deflexión del disco (Sakaguchi RL, Wiltbank BD y Shah NC, 2004).

Hoy en día se ha mejorado este sistema con el uso de **sensores de fibra óptica**, más concretamente con los de redes de Bragg (Anttila EJ *et al.*, 2008). Son algo más caros que los sensores convencionales pero presentan otras ventajas como medir la contracción dinámica en tiempo real durante el proceso de polimerización, su pequeño tamaño, inmunidad a las interferencias electromagnéticas, alta resolución y que se incrustan fácilmente en el composite.

Otro método de medición de la contracción lineal es el **linómetro** (Venhoven BAM, de Gee AJ y Davidson CL, 1996; de Gee AJ, Feilzer AJ y Davidson CL, 1993), que usa un sensor de desplazamiento que detecta los cambios dimensionales de un disco de material. La medición con este sistema es más complicada e inexacta que con el método de la deflexión del disco, ya que la gravedad influye en los valores registrados dependiendo a su vez de la distinta viscosidad de los composites (Sakaguchi RL, Wiltbank BD y Shah NC, 2004).

Existen dispositivos que registran las deformaciones que sufre el material durante su polimerización mediante la captura de **imágenes digitales de video** (Chuang S, Chang C y Chen TY, 2011). Estas imágenes graban los cambios que sufre la superficie externa del material mientras polimeriza de una forma dinámica. Al comparar el estado inicial y el final permite medir la contracción total de una resina compuesta como lo hace el dispositivo denominado Accuvol® (Labella R *et al.*, 1999).

El **sensor de desplazamiento por láser** es el más novedoso. También mide la contracción de una forma dinámica pero sigue sin permitir medir la contracción en tiempo real (Miyasaka T y Okamura H, 2009). Los valores de contracción de polimerización de cada composite se obtienen de restar la diferencia del desplazamiento de cada momento puntual al punto de inicio.

En 2005 Lee y colaboradores (Lee IB *et al.*, 2005) describieron un nuevo sistema que llevaba un **fotodetector sensible a la posición** basado en un campo electromagnético, insensible a la temperatura y que permitía medir la contracción volumétrica dinámica en tiempo real.

Hay estudios que establecen una relación directa entre la contracción de polimerización y la **micro y nanofiltración** por la afectación de la integridad de la interfase (Calheiros FC *et al.*, 2004b; Tagami J *et al.*, 2010). Como era de esperar, al disminuir la contracción se reduce la filtración marginal (Braga RR, Ferracane JL y Condon JR, 2002; Calheiros FC *et al.*, 2004b; Choi KK, Condon JR y Ferracane JL, 2000). Los materiales con un mayor contenido en relleno y que tienen por tanto un mayor módulo elástico también presentan una mayor microfiltración porque contraen más (Bouschlicher MR, 1997). El método convencional consiste en sumergir el diente restaurado en una solución orgánica o nitrato de plata para después seccionarlo en rodajas que se analizarán para determinar la profundidad de la penetración del tinte (Braga RR, Ferracane JL y Condon JR, 2002). Se debe tener en cuenta que los valores obtenidos de los test de contracción representan una media de una distribución heterogénea, mientras que la formación de un defecto marginal es el resultado de un fallo de adhesión puntual (Braga RR *et al.*, 2006). Asimismo, el análisis de un espécimen seccionado es limitante, ya que la microfiltración no es uniforme y por tanto no siempre es extrapolable al espécimen entero (Calheiros FC *et al.*, 2004b).

La **microtomografía** mediante rayos X es una buena alternativa para medir la microfiltración de una forma precisa (Kakaboura A *et al.*, 2007; Sun J, Eideman N y Lin-Gibson S, 2009). Los resultados se corresponden con la técnica convencional de la penetración de tintes, con la ventaja de que es capaz de medir la microfiltración con independencia de la geometría de la cavidad y de que, al no ser necesario cortar la muestra, permite utilizarla para realizar otros test adicionales. Este método no es válido en situaciones donde el contraste radiográfico entre la cavidad y la restauración es inapropiado o insuficiente (Kakaboura A *et al.*, 2007).

1.8 MÉTODOS PARA MEDIR EL ESTRÉS DE CONTRACCIÓN

El estrés aumenta con la contracción y el módulo elástico, pero no puede predecirse sólo con los valores de contracción total, ya que se obviaría el alivio tensional que sufre el material al deformarse durante la fase pre-gel (Ferracane JL, 2005). Para

medir el estrés de contracción contamos con distintos métodos, pero ninguno de ellos es del todo exacto. En ocasiones se calcula el estrés residual a partir de la contracción post-gel, aunque tampoco puede predecirlo realmente, ya que es el resultado de una combinación de variables tan amplia que ningún método las tiene en consideración al mismo tiempo (Versluis A *et al.*, 2004). De hecho, el tipo de sistema con el que se mide el estrés de contracción influye significativamente en los resultados, de forma que los datos que encontramos publicados en la literatura son en ocasiones contradictorios (Meira JB *et al.*, 2011).

El **tensilómetro** es el método más común (Bowen RL, 1967; Davidson CL, de Gee AJ y Feilzer AJ, 1984; Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1987; Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1990a; Kleverlaan CJ y Feilzer AJ, 2005) y permite medir las fuerzas que se generan en el eje axial directamente de un disco o cilindro de material adherido a una superficie. Sin embargo, los resultados de materiales similares varían según la configuración del test, la dirección de la luz de polimerización aplicada y las restricciones del espécimen (Ferracane JL, 2005). Otra de las diferencias radica en la deformación del sistema, ya que se sabe que influye directamente en la medición del estrés (Gonçalves F *et al.*, 2008b; Meira JB *et al.*, 2011; Meira JB *et al.*, 2007). Los sistemas varían desde los completamente rígidos para lo cual utilizan servo-controladores para corregir las deformaciones del material y mantener las dimensiones del espécimen (Davidson CL y de Gee AJ, 1984; Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1987; Calheiros FC *et al.*, 2004b), a los que permiten la deformación del mismo, tanto si se conoce su magnitud (Miguel A y Macorra JC, 2001) como si no (Bouschlicher MR, 1997). Los sistemas rígidos no parecen ser los métodos más indicados para estudiar la relación entre las dimensiones del espécimen y el estrés de contracción (Watts DC y Satterthwaite JD, 2008), ya que hay autores que consideran que se sobreestiman los valores de estrés (Gonçalves F *et al.*, 2008b; Miguel A y Macorra JC, 2001; Laughlin GA, Williams JL y Elick D, 2002). Además, en estos sistemas, el módulo elástico del material influye en los valores de estrés alcanzados mientras que en los que son flexibles esto no es así (Min S, Ferracane J y Lee I, 2010; Meira JB *et al.*, 2011).

El **Bioman**[®] es un aparato diseñado y fabricado en la Universidad de Manchester (Watts DC, Marouf AS y Al-Hindi AM, 2003) que permite medir tensiones con un equipamiento más sencillo, económico y fácil de transportar que el tensilómetro.

Los sistemas que usan un **analizador de imágenes** por ordenador son muy caros y no registran el curso de la contracción de forma dinámica (Labella R *et al.*, 1999). Lo mismo ocurre con el **modelo mecanoelástico** desarrollado por Sakaguchi y colaboradores (Sakaguchi RL, Wiltbank BD y Murchinson CF, 2004b), con el que se sobreestiman los valores de estrés registrados al obviar el alivio que supone la deformación del composite durante la fase visco-elástica. Sin embargo, es un buen método para predecir el módulo elástico del material.

Park y Ferracane (Park JW y Ferracane JL, 2005; Park JW y Ferracane JL, 2006) utilizan el **método del anillo cortado** para medir el estrés residual durante todo el proceso de polimerización, registrando desde los valores iniciales a los más tardíos.

Hay métodos que estiman la distribución del estrés residual en cavidades simuladas aunque no reflejan la dinámica del proceso como los anteriores. Los más utilizados son el análisis fotoelástico y el análisis de elementos finitos.

El **análisis fotoelástico** es una medición visual basada en la propiedad de ciertos materiales transparentes de mostrar las líneas que genera el estrés en un campo de luz polarizada (Kinomoto Y y Torii M, 1998). Kinomoto y colaboradores (Kinomoto Y *et al.*, 1999) encontraron que los materiales autopolimerizables producen menos estrés residual que los fotopolimerizables, en concordancia con el estudio de Feilzer y colaboradores realizado con un tensilómetro (Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1993).

Katona y Winkler (Katona TR y Winkler MM, 1994) fueron pioneros en utilizar el **análisis de elementos finitos** para el estudio del estrés derivado de la contracción de los composites durante su colocación en una cavidad combinando las propiedades del material, la geometría de la cavidad y el conjunto de condiciones de una restauración determinada. A partir de ese momento se convirtió en un método que también han utilizado otros grupos de investigación con el mismo fin (Versluis A *et al.*, 2004; Barink M

et al., 2003; Ensaff H, O'Doherty DM y Jacobsen PH, 2001; Laughlin GA, Williams JL y Elick D, 2002; Versluis A, Tantbirojn D y Douglas WH, 1998). De hecho, hay quien defiende este método como el mejor y más objetivo para estudiar los factores que influyen en el estrés de contracción (Meira JB *et al.*, 2007).

1.9 DIRECCIÓN DE LOS VECTORES DE CONTRACCIÓN

Para mejorar la adaptación marginal de las resinas compuestas en una restauración necesitamos conocer hacia dónde se dirigen las fuerzas de contracción. Tradicionalmente se ha asumido que la contracción se dirigía hacia el centro de la masa del material en las resinas compuestas autopolimerizables y hacia la luz en las fotopolimerizables (Lutz F, Krejci I y Oldenburg TR, 1986). Se han sugerido muchos factores que también pueden determinar este fenómeno, como la geometría de la cavidad (factor de configuración), la velocidad de polimerización, volumen de material, propiedades, intensidad y dirección de la luz (Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1987; Asmussen E y Peutzfeldt A, 1999).

La contracción se da en las tres dimensiones del espacio, y a medida que aumenta el número de paredes adheridas, gradualmente el vector resultante se dirige en una dirección perpendicular y hacia las paredes (Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1989). En capas finas de material (2-3 mm) los vectores se orientan axialmente (Watts DC, Marouf AS y Al-Hindi AM, 2003) y la contracción se dirige en dirección de la luz (Asmussen E y Peutzfeldt A, 1999). Sin embargo, en capas más gruesas (a partir de 4-5 mm), existen vectores tangenciales que hacen que el material deje de contraer hacia la fuente de luz y la dirección de la contracción pasa a depender de la posición de la lámpara y de las condiciones de adhesión (Asmussen E y Peutzfeldt A, 1999; Versluis A, Tantbirojn D y Douglas WH, 1998). De hecho, si la adhesión entre la estructura dental y la resina compuesta se asume como perfecta, como es el caso del análisis de elementos finitos, la resistencia adhesiva en la interfase se considera el factor más influyente en determinar la dirección de los vectores de contracción, dirigiéndose hacia la interfase (Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1989; Katona TR y Winkler MM, 1994; Versluis A,

Tantbirojn D y Douglas WH, 1998). Además, las condiciones de adhesión en los límites de la interfase influyen significativamente en la orientación de dichos vectores (Loguercio AD *et al.*, 2004).

Uno de los problemas de algunos de los métodos de medición de contracción de las resinas es que sólo miden las fuerzas generadas uniaxialmente. Debido a la geometría de la cavidad y a las restricciones que genera la adhesión, la distribución de las fuerzas en un espécimen es muy compleja. El análisis de elementos finitos establece que las fuerzas generadas durante la contracción son tridimensionales debido a su relación con el diámetro y la altura del espécimen (Laughlin GA, Williams JL y Elick D, 2002). Este método permite medir el estrés de contracción de un material de una forma más real, con resultados extrapolables a la situación clínica.

El estrés es una propiedad local que puede tener valores altos o bajos según la zona de una misma restauración (Versluis A *et al.*, 2004; Barink M *et al.*, 2003). Hay muchos estudios que indican que el estrés de contracción no se distribuye en la interfase de una forma uniforme (Katona TR y Winkler MM, 1994; Kinomoto Y y Torii M, 1998), e incluso parecen indicar que se concentra en los extremos aumentando con la distancia al centro de una restauración adhesiva directa (Ensaff H, O'Doherty DM y Jacobsen PH, 2001). Hay componentes de estrés paralelos a la interfase que causan fuerzas tangenciales diferentes en grado y dirección dependiendo de la zona estudiada. Hay dos componentes del estrés responsables de los fallos adhesivos en la interfase: el estrés normal, que tiende a separar el composite de las paredes cavitarias, y el estrés tangencial, que tiende a producir movimientos de deslizamiento a lo largo de la interfase (Katona TR y Winkler MM, 1994). Este estrés ha sido calculado al final del proceso de polimerización mediante análisis de elementos finitos (Katona TR y Winkler MM, 1994; Laughlin GA, Williams JL y Elick D, 2002) y análisis fotoelástico (Kinomoto Y *et al.*, 1999; Kinomoto Y y Torii M, 1998), llegando a alcanzar valores de entre 4 y 6 MPa (Barink M *et al.*, 2003; Hübsch PF, Middleton J y Knox J, 2000).

1.10 CONSECUENCIAS CLÍNICAS DEL ESTRÉS DE CONTRACCIÓN

Clínicamente, la contracción volumétrica del material tiene repercusiones negativas que derivan del estrés de contracción. Cuando el material está adherido a una cavidad, se instaura una competencia entre la resistencia adhesiva de la interfase y las tensiones derivadas del estrés de contracción (Davidson CL, de Gee AJ y Feilzer AJ, 1984; Bolhuis PB *et al.*, 2006). Si las fuerzas de contracción superan la resistencia adhesiva de la interfase, las fallas resultantes pueden producir microfiltración marginal (Calheiros FC *et al.*, 2004b; Braga RR *et al.*, 2006), sensibilidad postoperatoria (Tantbirojn D *et al.*, 2004; Ratih D, Palamara JE y Messer HH, 2007) y caries secundarias. Es precisamente la caries secundaria la causa más frecuente de reemplazo de restauraciones tanto de amalgama como de resina compuesta, llegando a significar entre el 30 y 60% de todas las restauraciones reemplazadas (Sarret DC, 2005).

Concretamente es la última parte de la contracción post-gel la responsable de la aparición de defectos en la interfase (Peutzfeldt A y Asmussen E, 2004). Un estudio *in vivo* estima que su aparición puede variar entre un 14 y un 54% de la superficie total de la interfase en restauraciones directas, dependiendo de los materiales y técnicas empleadas (Hannig M y Friedrichs C, 2001). Probablemente los sistemas adhesivos actuales consigan mejorar la calidad adhesiva y por tanto disminuir estos valores.

Si se preserva la interfase, las fuerzas de contracción causan un estrés residual que se transmite a los tejidos dentarios circundantes produciendo deformación oclusal (Versluis A *et al.*, 2004), deflexión cuspídea (Lee SY y Park SH, 2006; Bouillaguet S, 2006; Magne P y Oganessian T, 2009), hendiduras o grietas en el esmalte (Tantbirojn D *et al.*, 2004; Kanca J III y Suh BI, 1999; Jörgensen KD, Asmussen E y Borkowski K, 1975) o microfisuras, en la resina, que pueden iniciar fallos cohesivos del material (Loughran GM, Versluis A y Douglas WH, 2005; Yamamoto T *et al.*, 2009). Análisis de elementos finitos demuestran que en casos de restauraciones de gran tamaño el estrés se concentra en el diente, disminuyendo su resistencia a la deformación provocada por el estrés (Versluis A *et al.*, 2004). Con la mejora de los sistemas adhesivos, son por tanto las grandes restauraciones con amplias resecciones de los tejidos duros del diente las más sensibles a posibles fracasos derivados del estrés de contracción. En preparaciones

cavitarias más conservadoras, donde la resistencia del diente es mayor, serán más probables los fallos a nivel de la interfase antes que los fallos cohesivos en el propio material (Barink M *et al.*, 2003; Ensaff H, O'Doherty DM y Jacobsen PH, 2001).

1.11 FORMAS DE REDUCCIÓN DEL ESTRÉS DE CONTRACCIÓN PARA MINIMIZAR SUS REPERCUSIONES CLÍNICAS

Muchas investigaciones se han orientado a estudiar métodos que reduzcan el estrés de contracción desarrollado por las resinas compuestas.

Un método muy estudiado es la utilización de **técnicas alternativas de fotopolimerización** (Visvanathan A *et al.*, 2007; Charton C, Colon P y Pla F, 2007; Cunha LG *et al.*, 2007; Petrovic LM y Atanackovic TM, 2008). Hay que tener en cuenta que en ocasiones un cambio en el protocolo de fotopolimerización puede afectar al grado de conversión, especialmente cuando posponemos la aplicación de luz en los cementos de resina duales (Pereira SG *et al.*, 2010). El tiempo de exposición también influye en las propiedades mecánicas del material. Si aumenta el tiempo de exposición mejora la profundidad de curado y la microdureza del material, pero la velocidad a la que ocurre el proceso es la misma. Si pretendemos disminuir el tiempo de exposición a costa de aumentar la intensidad de luz, aumenta el estrés residual. Hay que tener cuidado con tiempos de exposición de luz demasiado cortos porque es posible que sean insuficientes para desarrollar completamente el proceso de polimerización (Versluis A, Tantbirojn D y Douglas WH, 2004).

Está demostrado que las distintas **formas de inserción del material en la cavidad** influye significativamente en la generación de estrés (Park J *et al.*, 2008; Nayif MM *et al.*, 2008a; Versluis A *et al.*, 1996; Loguercio AD, Reis A y Ballester RY, 2004). La técnica incremental se ha reconocido como uno de los factores más determinantes del estrés de contracción (Park J *et al.*, 2008; Nayif MM *et al.*, 2008a), a excepción de cuando éste se mide mediante análisis de elementos finitos (Versluis A *et al.*, 1996). Recientemente se han descrito técnicas más novedosas como dejar un hueco en el centro de la restauración en un primer incremento de material para después rellenarlo con el

siguiente, lo que podría reducir el estrés en la interfase y mejorar la adaptación marginal (Petrovic LM *et al.*, 2010).

Durante algún tiempo se preconizó el **uso de composites fluidos** como bases cavitarias con el fin de absorber parte de las tensiones generadas durante la polimerización de los materiales de restauración (Braga RR, Hilton TJ y Ferracane JL, 2003). Sin embargo, en la actualidad esta técnica está desaconsejada, ya que su uso no reduce la generación de estrés ni el riesgo de que se produzcan fallos en la interfase (Cadenaro M *et al.*, 2009; Oliveira LC *et al.*, 2010). Incluso hay estudios que sugieren su uso podría aumentar la deflexión cuspídea y el movimiento de las paredes cervicales del diente (Chuang S, Chang C y Chen TY, 2011). En cambio, al colocar una capa más gruesa de adhesivo en aquellas zonas de la restauración donde el estrés de contracción pueda perjudicar la integridad de la interfase, su bajo módulo de elasticidad puede aliviar parte de las tensiones generadas durante la polimerización del material ayudando a mantener la integridad marginal (Choi KK, Condon JR y Ferracane JL, 2000).

Como otras alternativas, se han probado **variaciones en la formulación de los materiales** que ayuden a minimizar el estrés (Atai M, Watts DC y Atai Z, 2005; Stansbury JW *et al.*, 2005). Los siloranos prometen ser una buena alternativa como materiales de restauración, ya que su menor contracción implica menores manifestaciones clínicas, incluida la deflexión cuspídea (Palin WM *et al.*, 2005). Debido a los cambios en su formulación, el adhesivo del silorano sufre una menor contracción de polimerización (Miletic V, Santini A y Trkulja I, 2009), haciendo que la adaptación marginal del material de restauración pueda llegar a ser incluso mejor que la de las resinas compuestas a base de metacrilatos (Papadogiannis D *et al.*, 2009).

Otra opción es **calentar los composites** previamente a su utilización (Deb S *et al.*, 2011). Al aumentar la temperatura aumenta también su fluidez, mejorando la colocación y adaptabilidad del material a la cavidad. Sin embargo, está demostrado que la temperatura acelera y favorece el proceso de polimerización, alcanzando un mayor grado de conversión y con él una contracción volumétrica mayor (Elhejazi AA, 2006; Deb S *et al.*, 2011).

1.12 TEST DE MICROTRACCIÓN

Sano y colaboradores aplicaron por primera vez el método de microtracción en Odontología en 1994 (Sano H *et al.*, 1994). Aunque es una técnica laboriosa y que precisa de un instrumental caro y específico, ofrece una versatilidad que no logran los métodos de tensión o cizalla convencionales. Entre otras ventajas, hizo posible que se pudiera medir la resistencia adhesiva en diferentes zonas de la misma interfase. Distintos autores han aplicado este método para este fin, encontrando resultados muy dispares (Yoshiyama M *et al.*, 1996; Shono Y *et al.*, 1999; Yesilyurt C y Bulucu B, 2006; Loguercio AD *et al.*, 2005a; Yoshiyama M *et al.*, 1998; Pereira PN *et al.*, 1999; Shimada Y *et al.*, 2005; Walter R, Miguez PA y Pereira PN, 2005; Loguercio AD *et al.*, 2005b; Yang B *et al.*, 2006). Es cierto que el método tiene sus limitaciones, y que incluso pueda ser ampliamente criticado, pero también se trata de la forma más real y directa que tenemos hoy en día de estudiar la adhesión *in vitro* sobre dientes, con todas las repercusiones clínicas que ello conlleva (Armstrong S *et al.*, 2010).

1.13 HIPÓTESIS

Uno de los objetivos de la investigación en contracción de polimerización es entender y predecir el desarrollo del estrés residual. Como se ha visto, el estrés de contracción de los materiales a base de resinas compuestas tiene una serie de repercusiones clínicas conocidas. Sin embargo, hay consecuencias previsibles pero aún no estudiadas en profundidad que podrían tener que ver con la distribución tridimensional de los vectores de contracción a nivel de la interfase. Si la contracción de polimerización afecta los valores de resistencia adhesiva y el estrés que se concentra en la misma no se distribuye de una forma uniforme (Ilie N, Kunzelmann K-H, Hickel R, 2006), cabe pensar que haya diferencias a lo largo de una misma interfase.

El método de la deflexión del disco demuestra que el material tiende a desprenderse de los márgenes al contraer y permite desarrollar una posible teoría en la que los márgenes de la restauración sufren más que el centro con el proceso de contracción en cuanto a resistencia adhesiva se refiere. Esta idea se deja vislumbrar en estudios de

análisis de elementos finitos y fotoelásticos como anteriormente se ha expuesto (Katona TR y Winkler MM, 1994; Kinomoto Y y Torii M, 1998), pero aún no ha sido suficientemente desarrollada desde un punto de vista menos teórico o con una aplicación más clínica, como nos permite el método de microtracción.

Por tanto, la hipótesis de esta Tesis Doctoral es que la mayor magnitud del estrés en la periferia hará que los valores de resistencia adhesiva sean menores en los márgenes de una restauración, comparados con los que se puedan medir su zona central.

1.14 OBJETIVOS

Con el fin de unificar los resultados siguiendo una misma metodología, el objetivo común a todos los trabajos que componen la presente Tesis Doctoral es determinar el efecto que tiene la contracción de polimerización en la resistencia adhesiva de la interfase de varios materiales de resina compuesta adheridos a distintos sustratos y en diferentes situaciones clínicas mediante el método de microtracción.

En todos los estudios, se evaluará el posible efecto de las diferencias histológicas del sustrato comparando los resultados de resistencia adhesiva en un bloque continuo de material y varios separados a lo largo y ancho de la superficie de adhesión.

En el primer trabajo, se medirá el efecto de la distancia al centro en la resistencia adhesiva de una resina compuesta sobre esmalte.

En el segundo, este mismo efecto se medirá con tres materiales de restauración directa con distinto grado de contracción de polimerización adheridos a dentina.

En el tercero, se evaluará el comportamiento de un cemento de resina dual y en el cuarto, las posibles diferencias entre un material fotopolimerizable y otro de activación química.

2.1 SOLUCIONES ESPECÍFICAS AL MÉTODO PRESENTADO

A pesar de que el método de microtracción no es original, ni siquiera como medio de evaluación de los efectos de la contracción de polimerización (Ilie N, Kunzelmann K-H, Hickel R, 2006), quizás una de las aportaciones novedosas de los artículos que componen la presente Tesis Doctoral es la forma de preparación de los datos para su posterior estudio estadístico. A continuación se explican las soluciones específicas a cada problema que presenta el método tal y como ha sido descrito:

2.1.1 Ajuste de áreas y formación de residuos

Está ampliamente demostrado que los resultados de microtracción son dependientes del tamaño del área de adhesión (Sano H *et al.*, 1994). Si bien el objetivo era obtener especímenes de 1 mm² de superficie, los problemas inherentes al método hicieron que se obtuvieran barritas de distintas áreas. En general, se sabe que especímenes menores presentan mayores valores de resistencia adhesiva y viceversa (Sano H *et al.*, 1994).

El efecto del tamaño del área fue descrito por primera vez por Griffith en 1920 (Griffith AA, 1920). La cantidad de defectos internos de los materiales afecta sus características de resistencia a la tensión. Así, un espécimen mayor tendrá un mayor número de defectos en su interfase adherida y viceversa. Cuando una muestra es sometida a carga, el estrés se concentra en los defectos e inicia la formación de fisuras. Esto explica por qué especímenes de mayor tamaño fallan antes cuando se someten a fuerzas de carga, ya que probabilísticamente presentan un mayor número de defectos en su interfase.

Con el fin de evitar el sesgo que produce la variable del tamaño del área de adhesión en los resultados de microtracción, a partir del segundo trabajo se calculó la regresión entre los valores de tensión máxima (en MPa) y el área de cada espécimen (en mm²). Si las diferencias en los resultados de microtracción, entre los diferentes especímenes de un estudio, estuvieran causadas únicamente por las diferencias en sus

áreas de adhesión, todos los datos estarían situados exactamente en la línea de regresión. Sin embargo, esto no es así, sino que cada dato se encuentra por debajo o por encima de esta línea. La distancia vertical de cada dato a la curva supuso entonces la creación de una variable dependiente llamada “residuos” (en MPa). Los residuos han de estar causados por otro/s factor/es, que según la hipótesis de nuestros trabajos, correspondería a la distancia al centro de la restauración.

2.1.2 Variabilidad intradiente (PTens)

La heterogeneidad del sustrato de adhesión hace que se produzcan diferencias en los resultados de microtracción intra e interdiente (Loguercio AD *et al.*, 2005a). Estas diferencias están causadas por las características específicas de cada diente que no se han identificado, pero que podrían ser la microestructura, calcificaciones o la edad. Como la hipótesis supone que las variaciones en los residuos de cada diente estaban causadas por la variable independiente (distancia al centro de la restauración), sólo se compararon los incrementos o descensos de los valores de resistencia adhesiva con los del mismo diente. De esta manera, los residuos se transformaron en categorías de porcentaje dentro de la misma muestra, calificándolos en una nueva variable dependiente llamada PMPa en el primer trabajo, PTens en el segundo y PResid en el tercero.

De esta manera es posible comparar los resultados entre todas las muestras aunque tengan una media de valores de microtracción distinta debido a las características propias de cada diente. Así, cada valor de PTens (o PMPa, o PResid) se calcula mediante la fórmula $PTens = 100 \times R / MaxR$, donde R es el residuo para ese caso y MaxR el máximo residuo para ese espécimen. Al máximo valor de resistencia adhesiva en un diente se le asignó un valor de 100, mientras que el resto de valores del mismo espécimen fueron considerados un porcentaje de dicho valor. Según la hipótesis, los valores de 100% tenderán a concentrarse en el centro del espécimen.

2.1.3 Diferencias en la longitud de las muestras (PDistance)

Ya desde el primer trabajo se puso de manifiesto la dificultad que suponía comparar el efecto de la distancia al centro de la restauración en la resistencia adhesiva cuando cada diente tenía un tamaño distinto.

En el primer artículo la solución a este problema vino de la mano de la creación de una nueva variable independiente llamada NDistanc. En las muestras donde se medía la resistencia adhesiva en un único incremento se crearon 9 categorías de distancia de la zona gingival a la incisal de cada muestra. En el grupo de 3 incrementos independientes, los especímenes se asignaron a una de las 3 categorías: gingival, central o incisal, que correspondían a las categorías 1, 5 y 9 del otro grupo. Esta correspondencia era especialmente importante para poder comparar los resultados de resistencia adhesiva entre un grupo y otro y poder determinar así si las diferencias estaban causadas por las diferencias histológicas en el esmalte.

A partir del segundo trabajo, la distancia (D) de cada espécimen al margen gingival de cada muestra se transformó en un porcentaje de la distancia máxima (MaxD) según la fórmula $PDistance = 100 \times D / MaxD$.

2.1.4 Muestras perdidas (fallos pretest)

En todos los trabajos se ha tenido en cuenta los especímenes perdidos y los fallos pretest. Todos ellos han sido excluidos del análisis estadístico.

Algunos de ellos se perdieron durante el proceso de corte, probablemente por las oscilaciones de la banda de la cortadora. Otros se despegaron prematuramente durante su manipulación o se consideraron inválidos después de someterlos a carga, ya que sólo se sometieron al análisis estadístico aquellos especímenes que resultaron en una fractura adhesiva.

Si el hipotético efecto de la contracción sobre la calidad de la interfase está presente, debería existir una relación entre el número de fallos pretest y la variable PDist. Los especímenes cuya resistencia adhesiva se ve más afectada por el efecto de la

distancia al centro de la restauración deberían presentar un mayor número de fallos que los que están menos expuesto a dicho efecto.

En el cuarto estudio, con el fin de determinar si existe una asociación entre la proporción de fallos pretest y PDist, se aplicó el test de Mantel-Haenszel para determinar una posible relación lineal.

2.2 ANÁLISIS DE WEIBULL

El uso del análisis de Weibull en métodos de microtracción no es novedoso aunque sí muy útil en este tipo de estudios, ya que hace el estudio estadístico mucho más completo (Burrow MF *et al.*, 2004). A partir del segundo trabajo, este análisis contribuyó al estudio de la resistencia adhesiva de los materiales de resina compuesta a dentina.

Parece ser que la mayor causa de la incontrolada variabilidad de resultados en este tipo de estudios es el tamaño de los defectos (Burrow MF *et al.*, 2004). Weibull (Weibull W, 1951) describió una función válida para calcular la probabilidad de supervivencia (P_s) a una tensión determinada (σ) como $P_s = 1 - \exp(\sigma/\sigma_0)^m$, donde la constante m (factor de forma, pendiente o módulo de Weibull) se relaciona con la variabilidad de resultados de microtracción (en nuestros estudios, valores de PResid). Cuanto mayor es el valor de m , el comportamiento de los datos será más predecible.

La constante σ_0 (valor de resistencia adhesiva característico, estrés característico o parámetro de escala) está relacionada con la distribución de los datos a lo largo del eje de tensión en el gráfico de Weibull (Anusavice KJ, 2003). Será por tanto la tensión a la que el 63,2% de las muestras se fracturan (en este caso, la probabilidad de fractura será $p=0,632$). Valores más altos de este parámetro se corresponden con mayores valores de resistencia adhesiva.

En nuestros estudios, la tensión a la que se fracturan las muestras corresponde con la variable PTens, que es un porcentaje de la distancia a la línea de regresión.

3.1 LA CONTRACCIÓN DE POLIMERIZACIÓN INFLUYE EN LA RESISTENCIA ADHESIVA

Título original: Polymerization shrinkage influences microtensile bond strength.

Publicado en Journal of Dental Research 2007; 86(3):227-231.

Resumen

La contracción de polimerización en un material a base de resina compuesta es el resultado de una red compleja de fuerzas tensionales dentro del mismo. Si en restauraciones correctamente adheridas a los tejidos dentarios los vectores de estas fuerzas se dirigen hacia la interfase, podría ocurrir que la resistencia adhesiva no se distribuyera de una forma homogénea. El objetivo de este estudio fue medir cómo depende la microrresistencia adhesiva de una resina compuesta adherida a esmalte de la distancia al centro de la restauración.

Se seleccionaron 16 incisivos bovinos, de los cuales se utilizó sólo la corona. Se pulió el esmalte vestibular con un papel abrasivo de grano 500 para obtener una superficie lisa y se dividieron en dos grupos (A y B) de 8 especímenes cada uno. Todos los dientes se restauraron con la misma técnica adhesiva y materiales, pero la restauración variaba de un único incremento longitudinal de 2 mm de espesor dispuesto de gingival a incisal en el caso de los especímenes del grupo A, a tres incrementos independientes del mismo espesor sobre el esmalte gingival, central e incisal en los del grupo B, todos correctamente fotopolimerizados. Para realizar el método de microtracción se seccionaron los dientes para obtener barritas de diente-resina que se asignaron a una de las 9 categorías de acuerdo a la distancia entre el margen gingival e incisal de cada diente (NDistanc). Los datos obtenidos se transformaron a una nueva variable dependiente correspondiendo al porcentaje del valor máximo de resistencia adhesiva en cada espécimen (PMPa) con el fin de hacerlos comparables. El análisis estadístico intragrupo determinó que en el grupo A la media de PMPa decrecía del centro a la zona gingival y del centro a la incisal ($p < 0.01$). En el grupo B no había diferencias entre las distintas zonas de cada diente. Las comparaciones entre los dos

grupos revelaron que la media de PMPa era significativamente menor en el grupo A que en el grupo B en las zonas gingival e incisal y no existían diferencias al comparar la zona central. Los resultados de microrresistencia adhesiva también decrecían a medida que aumentaba la distancia al centro de la restauración.

E. Cabrera and J.C. de la Macorra*

Department of Restorative Dentistry, Faculty of Odontology, Complutense University of Madrid, Plaza Ramón y Cajal s/n, Ciudad Universitaria, 28040 Madrid, Spain; *corresponding author, macorra@odon.ucm.es

J Dent Res 86(3):227-231, 2007

ABSTRACT

Shrinkage results from a complex spatial strain network, producing movements within materials. The purpose of this study was to test whether microtensile bond strength (μ TBS) of a light-curing resin composite to enamel depends on distance to the center of the curing mass. Labial surfaces of bovine incisors were ground flat, divided into 2 groups ($n = 8$), acid-etched, and coated with an unfilled resin bond. A resin-based composite was placed in one increment (group A) or separately at gingival, central, and incisal sites (group B), and light-cured. Teeth were sectioned, yielding stick-shaped specimens assigned to one of 9 groups according to distance to incisal edge of restoration (NDistanc). Microtensile bond strength was transformed to percentages of its maximum values within each tooth (PMPa). Comparisons within groups showed (group A) that mean PMPa decreased from central to gingival and from central to incisal ($p < 0.01$). Comparisons between groups showed that mean PMPa was significantly lower in group A compared with group B, only at gingival and incisal sites. Microtensile bond strength significantly decreased as the distance increased to the center of the curing mass.

KEY WORDS: polymerization shrinkage, resin composite, enamel, regional bond strength, microtensile testing.

Polymerization Shrinkage Influences Microtensile Bond Strength

INTRODUCTION

The adverse effects of polymerization shrinkage were reported as early as 1975 (Jorgensen *et al.*, 1975). Since then, many methods to measure polymerization shrinkage have been used: dilatometers (De Gee *et al.*, 1981), tensiometers (Davidson *et al.*, 1984), linometers (Feilzer *et al.*, 1989), and strain gauges (Sakaguchi *et al.*, 1991). Also, Finite Element Analysis (FEA) (Versluis *et al.*, 1998), photo-elastic analysis (Kinomoto *et al.*, 1999), and elastic micromechanics computer modeling (Sakaguchi *et al.*, 2004) have been used to estimate the magnitude and effects of polymerization shrinkage.

The competition between contraction stress and the maturing bond to walls is one of the main causes of clinical problems in composite resin dental restorations (Davidson *et al.*, 1984). As long as the polymerizing material can flow before reaching the gel point (Bausch *et al.*, 1982), shrinkage can be compensated for, and further contraction stress can be dissipated (Davidson and De Gee, 1984).

Shrinkage can be described as a vector, with a magnitude and a direction (Watts and Cash, 1991). The vector that describes the material's shrinking block behavior is the result of a spatially complex strain network, and will produce displacements within the curing material. Optimal adaptation is required for adhesion; consequently, these movements may be detrimental to the infiltration of the substrate (Feilzer *et al.*, 1990).

Light-cured materials were thought to shrink toward the light source, and self-cured materials toward the center of the curing mass (Asmussen and Peutzfeldt, 1999). FEA studies (Versluis *et al.*, 1998) and photo-elastic analysis (Kinomoto *et al.*, 1999) have shown that the direction of force vectors during polymerization shrinkage flow is determined by the conditions at the boundary (Loguercio *et al.*, 2004a). This direction is also supposed to be dependent on the bonding features of the material to substrate (Asmussen and Peutzfeldt, 1999).

Watts and Cash (1991) described a contraction pattern, not only perpendicular to the interface, but also shearing alongside it. It was suggested that this pattern may affect, specifically, the peripheral area of the material being bonded (Feilzer *et al.*, 1990).

Microtensile bond testing (Sano *et al.*, 1994) made possible the measurement of bond strengths in several areas within the same tooth. Yoshiyama *et al.* (1996) measured bond strengths at different sites of root dentin at cervical, middle, and apical regions. This resulted in significant differences when a total-etch dentin bonding system was used. Shono *et al.* (1999) also used the microtensile test and observed inconsistencies in bond strength across occlusal dentin, but drew no conclusions as to their causes.

For a properly bonded resin-based composite restoration, shrinkage vectors should theoretically be oriented toward the bonded interfaces (Cho *et al.*, 2002). This would cause the resin composite to be pulled away from peripheral zones (Feilzer *et al.*, 1990), toward the center, at the expense of optimal bonding (Loguercio *et al.*, 2004b) during polymerization. This

Received March 26, 2006; Last revision October 27, 2006; Accepted November 7, 2006

A supplemental appendix to this article is published electronically only at <http://www.dentalresearch.org>.

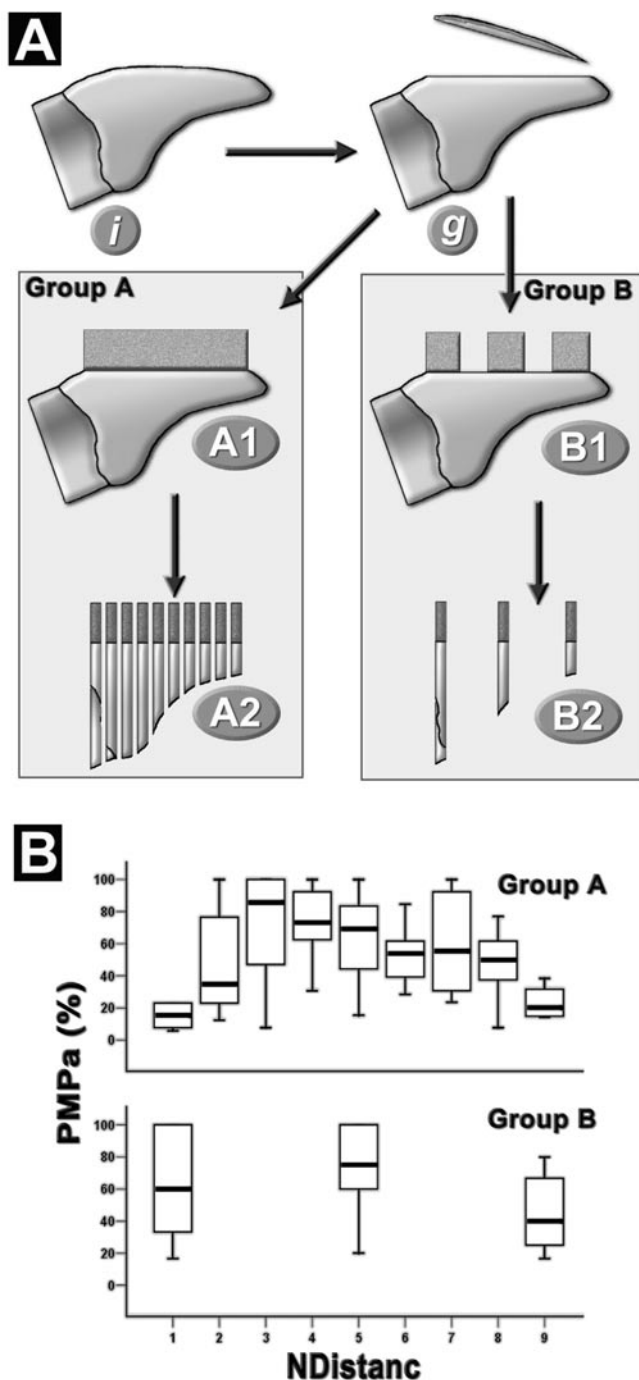


Figure. Specimen preparation and microtensile test results. (A) Preparation of specimens. Roots were sectioned (i), and the enamel's labial aspect was ground flat (g). In Group A (teeth, $n = 8$), resin composite was built up in an increment (A1), and in Group B (teeth, $n = 8$), 3 separate composite resin blocks were placed (B1). Restored teeth in both groups were sectioned (A2, B2), and specimens (100 and 39, respectively) were tested in tension. (B) Microtensile test results. Percentages of maximum microtensile bond strength results within each tooth (PMPa), per distance to incisal end of the restoration, in 9 categories (NDistanco). Boxplots show distributions of PMPa (in %) per groups (A,B) and NDistanco.

effect should be stronger as distances increase. The purpose of this study was to investigate whether resin-enamel bond strength over a relatively large area exhibits regional variations,

within the same sample, due to shearing polymerization contraction stresses.

MATERIALS & METHODS

Specimen Preparation and Microtensile Testing

Sixteen sound bovine incisors, stored in distilled water at room temperature for a month after extraction, were selected. All samples were collected and used following the guidelines of the Animal Research Committee of the Complutense University. Roots were removed *ca.* 1 mm apical to the cement-enamel junction (Fig., i), with the use of a diamond saw (3031 CP/N Exakt; Norderstedt, Germany) under constant water-cooling.

A flat enamel surface was produced on each incisor's labial aspect by wet-grinding in a grinder-polisher (Struers A/S Dap-7; Rodovre, Denmark) with 500-grit SiC paper (Fig., g).

All labial enamel surfaces were bonded and restored in a similar and standardized sequence, with the same bonding system and resin composite restorative materials (Appendix Table), placed in two different ways (Group A and Group B, $n = 8$ each). All surfaces were etched (20 sec, 37% phosphoric acid etchant, Scotchbond; 3M ESPE, St. Paul, MN, USA), thoroughly water-rinsed, and gently air-dried. A bonding agent (Heliobond; Ivoclar-Vivadent, Amherst, NY, USA) was applied, gently air-extended, and light-cured for 20 sec (Optilux 501; Demetron/Kerr Co., Orange, CA, USA; 800 mW/cm²).

In Group A, we placed a 2-mm-thick resin composite build-up (Filtek Z250; 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) (Fig., A1), in one increment, and light-cured it (Optilux 501; Demetron/Kerr Co., Orange, CA, USA; 800 mW/cm²) in 3 40-second periods, by placing the 8-mm light tip on the incisal, central, and gingival areas. In Group B, we placed the same resin composite, equally light-cured, but separately, in blocks bonded to gingival, central, and incisal regions of the prepared surface (Fig., B1), carefully avoiding contact between blocks.

Each tooth was cut, producing parallelepipedic sticks with their long axis perpendicular to the pulp chamber (Fig., A2, B2).

In group A, the distance (in mm) to the gingival edge of each sample was registered. In group B, 6 specimens *per* tooth (2 gingival, 2 central, and 2 incisal) were obtained (Fig., B2). In total, 143 specimens were produced in group A and 48 in group B (Table 1). Bonded areas (BA, in mm²) were measured with a digital calliper (Mitutoyo Corp., Tokyo, Japan) before being tested.

Each specimen was glued (Model Repair II Blue; Dentsply-Sankin KK, Tokyo, Japan) to a testing device and subjected to tension until failure (Hounsfield HTI, Croydon, UK), at a crosshead speed of 1 mm/min, and the force recorded from a 500-N cell load was converted to tensile stress units (MPa). Debonded areas were analyzed with a stereoscopic microscope analyzer (Leica Qwin Q500 IW; Leica Imaging Systems Ltd., Cambridge, UK) for determination of the type of fracture (adhesive or cohesive). Only adhesive fractures were analyzed statistically.

Data Management

When differences in microtensile bond strength values occur in resin composites bonded to enamel along a large bonded area, they can be related to the distance to the geometric center of the resin composite mass. This may be caused by a displacement of the resin toward its center, away from initial positions. These differences are expected to increase toward the outer boundaries.

To test this, we related the independent variable to the

distance to the gingival end, within samples. This was due to: (i) not all samples having equal total length; and (ii) in evaluation of progressive specimen's material separation from the center (the distance to it), specimen separation was found at the far end of the mass. Its effects must also be considered. Thus, the NDistan variable was calculated in group A, creating 9 categories of distance to the gingiva.

In group B, specimens were assigned to gingival, central, or incisal categories, corresponding to categories 1, 5, or 9 of group A. This correspondence is most important, because relative microtensile bond strength results obtained from the same relative locations, in both groups, were to be compared, to exclude local differences in the enamel's micro- or macro-morphological characteristics.

Variability in tooth morphology and histology is expected to influence the mean results of microtensile bond strength. To overcome this, and because eventual differences in microtensile bond strength within each tooth can be studied, we reported the dependent variable (PMPa) as a percentage of maximum microtensile bond strength results within each tooth.

Statistical Analysis

Descriptive and Shapiro-Wilk normality tests (SPSS 13.0.1; SPSS Inc., Chicago, IL, USA) were applied, *per* group and distance (NDistan). We applied the Kruskal-Wallis test, in both groups, to determine if intragroup differences were statistically significant. To determine if, in group A, results were arranged as expected (decreasing from the center to the ends), we applied the Jonckheere-Terpstra test (see appendix) to the first (1 to 5) and second (5 to 9) halves of distances.

To compare groups A and B, thus determining if differences within groups could be explained by local enamel morphological variations, we made adequate (parametric or non-parametric) comparisons among corresponding distances (1, 5, and 9 categories).

RESULTS

In group A, distances were distributed in 9 quartiles (NDistan), from cervical to incisal, along the labial surface area (Panel B in the Fig.). Numbers of cases, means and standard deviations of PMPa, distributed in NDistan categories, in groups A and B are given in Table 2. All categories showed a normal distribution, except for categories 8 and 9 in group A. For comments on results' variability, see the APPENDIX.

Numbers of debonded or discarded specimens are shown in Table 1, *per* group (see APPENDIX for detailed analysis).

Kruskal-Wallis test results were, for Group A, $p = 0.001$, and for group B, $p = 0.082$. Only in group A were differences among one or more groups statistically significant.

Jonckheere-Terpstra test results showed that the probability of results from categories 1 to 5, defined by NDistan, being increasingly ordered by chance was $p = 0.002$. For categories 5 to 9, this probability was $p = 0.01$.

Table 1. Numbers of Samples Tested, Lost, or Debonded, *per* Specimen and Group

Specimen #	Group	Tested	Samples Lost or Debonded			Total
			Debanded during Cutting	Manipulation	Lost during Testing	
1	A	17			3	20
2		7			2	9
3		13	1		2	16
4		13		6	1	20
5		8	4		6	18
6		16		1	5	22
7		13	2	2	3	20
8		13			5	18
Subtotal Group A		100	7	9	27	143
9	B	4			2	6
10		6				6
11		5			1	6
12		5			1	6
13		5			1	6
14		3		1	2	6
15		5		1		6
16		6			6	
Subtotal Group B		39	0	2	7	48
Total		139	7	11	34	191

Table 2. Descriptive Results of PMPa* (in %), *per* Groups and Ndistan

NDistan	n	Group					
		A		B		SD	
		m	SD	n	m		
1	9	19.4	17.5	13	64.4	31.8	
2	10	46.5	30.7				
3	9	67.6	35.4				
4	14	70.4	26.5				
5	16	63.7	26.4	13	70.6	27.2	
6	11	52.8	17.8				
7	14	59.6	28.1				
8	13	49.1	21.8				
9	4	23.3	11.2	13	45.8	22.3	
Total	100			39			

* PMPa: percentages of maximum microtensile bond strength results within each tooth. NDistan: distance to incisal end of restoration, in 9 categories. n, number of cases; m, mean; SD, standard deviation.

Differences between groups in categories 1 (45%) and 9 (22.5%) were statistically significant, and in category 5 (6.9%), non-significant (Table 3). In categories 1 and 9 of group B, results were superior to those in the corresponding categories of group A (see boxplot in panel B in the Fig.).

Table 3. Differences (Group B - Group A) between PMPa*, per NDistan

NDistan	1	5	9
Difference in PMPa (in %)	45.0	6.9	22.5
Comparison	Student's <i>t</i> test		Mann-Whitney U-test
Test applied			
Test result <i>p</i> =	0.002	0.3	0.02

* PMPa: percentages of maximum microtensile bond strength results within each tooth. NDistan: distance to incisal end of restoration, in nine categories.

DISCUSSION

Results demonstrated that there are regional differences when resin composite is built up on enamel in one increment over a large area. These differences decrease from the center to the outer boundaries of the mass, and are not caused by local differences in the substrate.

Regional differences in dentin bond strength have been shown before. Microtensile bond strength of resin composite bonded on cervical and middle thirds of root dentin was significantly lower than at the coronal or apical third, when a total-etching adhesive system was used (Yoshiyama *et al.*, 1996). In the present study, there was higher microtensile bond strength in the central than in the cervical or incisal sites, which produced similar results. Two years later, regional differences in microtensile bond strength were reported when self-etching/self-priming systems were used (Yoshiyama *et al.*, 1998), on enamel and apical root dentin, which were significantly lower than those in coronal, cervical, and mid-root dentin. These results are in accordance with the conclusions reported here. Results were related to the reduction of dentinal tubule density in apical root dentin, decreasing the contributions of resin tags to overall bond strength. However, this is not applicable to enamel, because it lacks tubules, which may participate in bonding.

In contrast, differences in regional bond strength have not always been clearly demonstrated. Similar dentin bond strength results were obtained between resin-dentin specimens centrally located and those in the periphery in the same molar crown (Loguercio *et al.*, 2005). This may be due to the use of small bonded areas that could not produce relevant differences in microtensile bond strength.

Since dentin is a heterogeneous substrate, bond strength of adhesive systems largely depends on microstructure at the bonding site (Giannini *et al.*, 2001). Tubule orientation and the possibility of resin tag formation are different in superficial, middle, or deep dentin (Pereira *et al.*, 1999). Scanning electron microscopy (SEM) also demonstrated regional discrepancies in interfaces, due to differences in number and diameter of dentinal tubules, which facilitate both acid-etching and resin penetration (Yoshiyama *et al.*, 1996). To avoid these confounding characteristics, we used enamel as the bonding substrate in this study.

Human and bovine enamel show similar morphological characteristics. There were no significant differences between the two, when bond strength was measured on either surface (Reis *et al.*, 2004). The labial aspect of bovine incisor enamel allows for large bonding areas.

The suitability of microtensile testing for enamel may be questionable, due to the tissue's brittleness and anisotropy

(Carvalho *et al.*, 2000). It is well-known that surface microcracks seriously weaken brittle materials. Enamel microcracks may occur during specimen preparation. A SEM investigation of the structural integrity of specimens prepared for microtensile testing, before being loaded, revealed the existence of a higher number of microfractures in enamel as compared with dentin specimens (Ferrari *et al.*, 2002). This would contribute to the explanation of our relatively large standard deviations (see APPENDIX). This situation would require a relatively small specimen size ($1.3 \pm 0.2 \text{ mm}^2$ in this study).

Differences in substrate morphology can be relevant. Microtensile bond strength of a composite resin to enamel is dependent on the orientation of prisms, being considerably lower when the load is perpendicular to the general orientation of the prisms (Carvalho *et al.*, 2000). Enamel is significantly stronger when tested parallel to its prismatic orientation (Giannini *et al.*, 2001). In our report, as in most clinical situations, resin composite was bonded to enamel roughly parallel to the prisms. Influence of substrate was successfully minimized, since differences in data from group B were not statistically significant. This may explain the present results: Differences in group A were not expected to be caused by distinct prism orientation, but rather by the direction of polymerization contraction vectors. This confirms the suitability of enamel over dentin, making regional differences irrelevant.

Interactions of force vectors created during polymerization shrinkage may produce effects detrimental to the material being bonded. In this report, curing resin composite was placed on a surface longitudinally. Before the gel point was reached, the material was theoretically intimately interrelated with enamel, filling the available spaces on its surface. Due to the experimental design, major force vectors tend to align parallel to the interface, following the longest length of the restoration. Resulting centripetal resin displacement could well affect the initial interrelationship between material and tissue, because the former is pulled away from its initial position.

Direct experimental determination of the directions of polymerization shrinkage vectors is extremely difficult; this study is based on the interpretation of indirect observations, namely, final microtensile bond strength.

Bond strengths of current adhesive systems may surpass polymerization shrinkage stresses, and might possibly affect the magnitude and direction of resin composite polymerization shrinkage vectors (Versluis *et al.*, 1998). In general, it can be said that boundary conditions strongly affect these vectors (Loguercio *et al.*, 2004a). A recent study reported that optimal configuration conditions were insufficient to obtain uniform microtensile bond strength results when adhesive materials were bonded to large areas. Polymerization shrinkage vectors still damage the quality of bonding in outer areas, being more favorable at the center of the mass (group A).

In conclusion, the distance to the geometric center of a light-cured mass of composite bonded to enamel influences microtensile bond strength results. This effect is possibly due to centripetal dislodgment of curing resin along dental tissues, because of polymerization contraction forces. This negatively affects adhesion, mainly in peripheral areas. These differences in microtensile bond strength do not result from morphologic differences in enamel.

ACKNOWLEDGMENTS

Dr. E. Asmussen made valuable suggestions, and Dr. C. Davidson helped extensively in the final version of the manuscript. Research was supported by the Dept. of Estomatología II, Complutense University. Part of a thesis to be submitted in partial fulfillment of the requirements for the PhD degree of Mrs. Cabrera. Partially presented as a poster to the 41st Annual Meeting of the Continental European (CED) and the Scandinavian (NOF) Divisions of the International Association for Dental Research (IADR). Amsterdam, Netherlands, September 15-17, 2005.

REFERENCES

- Asmussen E, Peutzfeldt A (1999). Direction of shrinkage of light-curing resin composites. *Acta Odontol Scand* 57:310-315.
- Bausch JR, de Lange K, Davidson CL, Peters A, de Gee AJ (1982). Clinical significance of polymerization shrinkage of composite resins. *J Prosthet Dent* 48:59-67.
- Carvalho RM, Santiago SL, Fernandes CA, Suh BI, Pashley DH (2000). Effects of prism orientation on tensile strength of enamel. *J Adhes Dent* 2:251-257.
- Cho BH, Dickens SH, Bae JH, Chang CG, Son HH, Um CM (2002). Effect of interfacial bond quality on the direction of polymerization shrinkage flow in resin composite restorations. *Oper Dent* 27:297-304.
- Davidson CL, de Gee AJ (1984). Relaxation of polymerization contraction stresses by flow in dental composites. *J Dent Res* 63:146-149.
- Davidson CL, de Gee AJ, Feilzer A (1984). The competition between the composite-dentin bond strength and the polymerization contraction stress. *J Dent Res* 63:1396-1399.
- De Gee AJ, Davidson CL, Smith A (1981). A modified dilatometer for continuous recording of volumetric polymerization shrinkage of composite restorative materials. *J Dent* 9:36-42.
- Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL (1989). Increased wall-to-wall curing contraction in thin bonded resin layers. *J Dent Res* 68:48-50.
- Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL (1990). Relaxation of polymerization contraction shear stress by hygroscopic expansion. *J Dent Res* 69:36-39.
- Ferrari M, Goracci C, Sadek F, Cardoso C (2002). Microtensile bond tests: scanning electron microscopy evaluation of sample integrity before testing. *Eur J Oral Sci* 110:385-391.
- Giannini M, Carvalho RM, Martins LR, Dias CTS, Pashley DH (2001). The influence of tubule density and area of solid dentin on bond strength of two adhesive systems to dentin. *J Adhes Dent* 3:315-324.
- Jorgensen KD, Asmussen E, Shimokobe H (1975). Enamel damages caused by contracting restorative resins. *Scand J Dent Res* 83:120-122.
- Kinomoto Y, Torii M, Takeshige F, Ebisu S (1999). Comparison of polymerization contraction stresses between self- and light-curing composites. *J Dent* 27:383-389.
- Loguercio AD, Reis A, Schroeder M, Balducci I, Versluis A, Ballester RY (2004a). Polymerization shrinkage: effects of boundary conditions and filling technique of resin composite restorations. *J Dent* 32:459-470.
- Loguercio AD, Reis A, Ballester RY (2004b). Polymerization shrinkage: effects of constraint and filling technique in composite restorations. *Dent Mater* 20:236-243.
- Loguercio AD, Uceda-Gomez N, Carrilho MR, Reis A (2005). Influence of specimen size and regional variation on long-term resin-dentin bond strength. *Dent Mater* 21:224-231.
- Pereira PNR, Okuda M, Sano H, Yoshikawa T, Burrow MF, Tagami J (1999). Effect of intrinsic wetness and regional difference on dentin bond strength. *Dent Mater* 15:46-53.
- Reis AF, Giannini M, Kavaguchi A, Soares CJ, Line SR (2004). Comparison of microtensile bond strength to enamel and dentin of human, bovine and porcine teeth. *J Adhes Dent* 6:117-121.
- Sakaguchi RL, Sasik CT, Bunczak MA, Douglas WH (1991). Strain gauge method for measuring polymerization contraction of composite resins. *J Dent* 19:312-316.
- Sakaguchi RL, Wiltbank BD, Murchinson CF (2004). Prediction of composite elastic modulus and polymerization shrinkage by computational micromechanics. *Dent Mater* 20:397-401.
- Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, et al. (1994). Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength—evaluation of a microtensile bond test. *Dent Mater* 10:236-240.
- Shono Y, Ogawa T, Terashita M, Carvalho RM, Pashley EL, Pashley DH (1999). Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. *J Dent Res* 78:699-705.
- Versluis A, Tantbirojn D, Douglas WH (1998). Do dental composites always shrink toward the light? *J Dent Res* 77:1435-1445.
- Watts DC, Cash AJ (1991). Determination of polymerization shrinkage kinetics in visible-light-cured materials: methods development. *Dent Mater* 7:282-287.
- Yoshiyama M, Carvalho RM, Sano H, Horner JA, Brewer PD, Pashley DH (1996). Regional bond strengths of resins to human root dentine. *J Dent* 24:435-442.
- Yoshiyama M, Matsuo T, Ebisu S, Pashley D (1998). Regional bond strength of self-etching/self-priming adhesive systems. *J Dent* 26:609-616.

E. Cabrera and J.C. de la Macorra*

Department of Restorative Dentistry, Faculty of Odontology, Complutense University of Madrid, Plaza Ramón y Cajal s/n, Ciudad Universitaria, 28040 Madrid, Spain; *corresponding author, macorra@odon.ucm.es

J Dent Res 86(3):227-231, 2007

Polymerization Shrinkage Influences Microtensile Bond Strength

APPENDIX

Jonckheere-Terpstra Test for Ordered Alternatives

This non-parametric test for differences among several independent samples is more powerful than the Kruskal-Wallis "H" or median test. The Jonckheere-Terpstra test requires that the independent (NDistanc in this report) samples be ordinally arranged on the criterion variable.

It tests the hypothesis that, as one moves from samples low on the criterion to samples high on the criterion (from 1 to 5, or to 5 to 9 NDistanc categories), the mean within-sample magnitude (PMPa) of the criterion variable consistently changes, either increasing or decreasing.

In the case of yield, this test rejects the null hypothesis that the distribution of the response variable (PMPa) does not differ among NDistanc levels, in favor of the alternative hypothesis of increasing order from NDistanc levels 1 to 5, or decreasing from levels 5 to 9, in both cases at a significant alpha level ($p < 0.05$).

Analysis of Results

Debonded Specimens

Debonded specimens (Appendix Table) were excluded from analysis. Overall, there were 7 prematurely debonded specimens during the cutting process, 11 during manipulation, and 34 that were discarded during microtensile bond testing, principally because of cohesive fractures in enamel or composite resin, and were not included in the analysis. This left 100 specimens for tensile testing in Group A and 39 in Group B.

It is undoubtedly possible that centripetal contraction stresses would have produced severe damage in some specimens; however, including debonded specimens in analysis will: (1) consider specimens debonded because of centripetal contraction stress the same as specimens that have another (unknown) reason to debond; (2) assign them an arbitrary TBS value (normally, zero) that is also unreal [It is presumed that the specimens debonded because their resistance was excessively low, not non-existent. Real value is indeterminate.]; and (3) will, erroneously, consider extreme values as expected values. Mean, or median,

TBS values are different from zero, and extremely low values, the ones that one would expect lost specimens to have, are far from them. To exclude them from analysis is to acknowledge that they are rare and do not represent their group.

Only specimens debonded during manipulation would have been eventually susceptible to be included in analysis. The numbers of these specimens (not cited in tables) in group A were, from first to ninth NDistanc, 1, 1, 2, 1, 0, 0, 1, 0, and 3.

Specimens lost during cutting ($n = 7$) or testing ($n = 27$) were not susceptible to be considered. In the first case, debonding could most probably have been caused by distortions or vibrations of the cutting band. In the second case, specimens were not exactly debonded, but their results were unusable because of errors during mounting in the testing device—a good number of them due to overrunning of the mounting glue into the interface—or in the acquisition of data.

Variability in PMPa Results

The mean coefficient of variation for the variable PMPa, *per specimen* (CV, defined as the quotient standard deviation/mean), is $CV = 0.54$ (ranging from 0.5 to 0.6). The PMPa variable, it must be considered, comes from a transformation of data. It is the percentage of each μ TBS result in the maximum μ TBS value of its specimen.

We standardized μ TBS values by considering each result as a percentage of the maximum value in its own environment (specimen). By this transformation, absolute values are not important, and it is possible to compare changes that occurred in μ TBS, in each specimen, with those that occurred in other specimens that may have smaller (or higher) absolute μ TBS values, because of, for instance, eventual morphological differences.

Relatively small changes in relatively small absolute values convert into large percentage variations. This is the cause of the apparently high variation coefficient. For comparison, the mean CV of μ TBS results (before being transformed into percentages), *per specimen*, is $CV = 0.29$ (ranging from 0.1 to 0.4).

Appendix Table. Materials Used in the Study

Material	Manufacturer	Composition	Batch no.
Scotchbond	3M ESPE, St. Paul, MN, USA	37% phosphoric acid etchant	9TB
Heliobond	Ivoclar Vivadent, Amherst, NY, USA	Resin bonding	E51105
Filtek Z250	3M ESPE, St. Paul, MN, USA	Resin hybrid composite (BIS-GMA, UDMA, and BIS-EMA resins; inorganic filler is zirconia/silica with loading 60% by volume, with a particle size range of 0.01 to 3.5 μ m)	20030414 20030319

3.2 DISTRIBUCIÓN DE LA MICRORRESISTENCIA ADHESIVA EN DENTINA DE TRES MATERIALES DE RESINA COMPUESTA CON DIFERENTE GRADO DE CONTRACCIÓN

Título original: Microtensile bond strength distributions of three composite materials with different polymerization shrinkages bonded to dentin.

Publicado en Journal of Adhesive Dentistry 2011; 13(1): 39-48.

Resumen

Hay estudios publicados que demuestran el detrimento que produce la contracción de polimerización de las resinas compuestas en la adhesión a los tejidos dentarios. Con el fin de estudiar sus efectos en la adhesión a dentina, en este estudio se compararon tres materiales fotopolimerizables de restauración directa con diferentes grados de contracción: dos composites convencionales con bis-GMA en su composición (Filtek Z250 y Spectrum TPH) y un material de baja contracción (Filtek Silorane).

Para el estudio se usaron las coronas de 46 incisivos bovinos a los que se pulió la superficie vestibular con discos abrasivos hasta eliminar el esmalte y exponer la dentina. Con cada material se hicieron dos grupos según el modo de restauración: en un incremento longitudinal de 2 mm de espesor y unos 4 mm de ancho del margen gingival al incisal (grupo A) o en tres incrementos separados entre sí sobre la zona gingival, central e incisal (grupo B). Pasadas 24 horas, los dientes restaurados con los tres materiales se seccionaron mediante cortes perpendiculares a la interfase para obtener especímenes rectangulares compuestos por dentina y el material de restauración correspondiente (se obtuvieron 385 en el grupo A y 132 en el grupo B) y se sometieron a tensión hasta la fractura a una velocidad de 1 mm/min. El área de cada barra fue tomada en cuenta en los resultados de microrresistencia adhesiva, que se convirtieron en porcentajes del valor máximo de cada diente creando una nueva variable llamada PTens. En los grupos A de cada material, la distancia de cada espécimen al margen gingival de cada restauración se transformó en otra variable llamada PDistances, que es el porcentaje de la distancia al margen gingival dentro de un mismo espécimen. De esta

forma se hacían todos comparables, ya que cada diente tenía unas dimensiones distintas.

Para el análisis estadístico se aplicó el test no-paramétrico de Spearman, y resultó que en el grupo A de los tres materiales el coeficiente de correlación era positivo en la primera mitad de la restauración (PDistances de 0 a 50%) y negativo en la segunda (50% a 100%). Los valores de PTens en los extremos de la restauración del grupo A (PDistances de 0 y 100%) resultaron ser menores que los correspondientes del grupo B en todos los materiales. Estas diferencias fueron estadísticamente significativas (test de T de Student) sólo en los casos del Z250 y TPH.

En conclusión, aún en casos de un factor de configuración cavitaria favorable, como es una superficie plana, la contracción de polimerización reduce la resistencia de la microrretención que consiguen las resinas compuestas en dentina en restauraciones extensas. La relevancia clínica de este perjuicio está aún por determinar.

Microtensile Bond Strength Distributions of Three Composite Materials with Different Polymerization Shrinkages Bonded to Dentin

Elena Cabrera^a/José C. de la Macorra^b

Purpose: To assess the detrimental effects that polymerization contraction causes on the interfacial microtensile bond strength (μ TBS) to dentin of three light-curing resin composites: two conventional bis-GMA-based composite resins (Filtek Z250, TPH Spectrum) and a low shrinkage material (Filtek Silorane [SIL]).

Materials and Methods: Flat surfaces of labial dentin were made in 46 bovine teeth and restored in single (group A) or in three separate (group B) one-increment visible-light cured resin composite blocks, with similar locations among teeth. After 24 h, restored teeth were sectioned perpendicular to interfaces, producing rectangular compound specimens (385 specimens were produced in group A, and 132 in group B), and submitted to tension (crosshead speed 1mm/min) until failure. μ TBS results were adjusted to bonded area and transformed to percentages of maximum values within each tooth (PTens). In A groups, distances of specimens to the gingival ends of each restoration were transformed to PDistances: the percentage of that distance within its specimen.

Results: Spearman's nonparametric correlation test showed that for Z250, TPH and SIL, in A groups, a material's correlation coefficient was positive for the first half of restorations (0% to 50% PDistances) and negative for the second (50% to 100%). For all materials, PTens values in extremes of restorations (pooled 0 and 100% PDistances) in A groups were smaller than corresponding values in B groups. These differences were statistically significantly (Student's t-test) only for Z250 and TPH.

Conclusion: Even in cases of favorable configuration factor, polymerization shrinkage in large restorations can reduce interface mechanical characteristics. The relevance of this decrease has still to be established.

Keywords: polymerization contraction stress, silorane, μ TBS, Weibull analysis.

J Adhes Dent 2010; 9 pages.
doi: 10.3290/j.jad.a18395

Submitted for publication: 07.07.08; accepted for publication: 01.10.09.

When bonding to cavity walls became clinically effective, concerns arose about damage to dental tissues caused by polymerization contraction of bonded materials.^{8,16,27,28} It has been described that polymerization shrinkage strains can range from 1.7% to 3.1%¹ in modern packable composite resins, and from 3.5% to 6.3% in flowable ones.^{1,6} Such strains during polymerization are caused by monomers approaching from van der Waals to covalent distances.¹⁷ The material's flow takes place be-

fore the gel phase is reached and retards stress build-up.^{15,35}

In clinical situations, the most favorable configuration factor would occur if the material were bonded to one flat surface.²⁰ In this situation, material will, with some restrictions, flow predominantly towards the bonded interface. However, in some experiments it has been shown that the direction of shrinkage is the result of a complex interplay of the direction of the curing light, the material's attachment to containing walls, and its thickness.^{3,14,48} In these experiments, setting materials always shrank – ie, were displaced – towards the bonded interface¹⁴ or the mechanical interlocking,³ if any was present.

If a correct tridimensional polymer net is to be formed, such movements must necessarily take place in all directions, not only towards the bonded (or in any way mechanically attached) interface. It is likely that monomer displacement can occur, which has potentially detrimental consequences on the structural integrity of the interface, by distressing the immature micromechanical entanglement of

^a PhD student, Department of Restorative Dentistry, Faculty of Odontology, Complutense University, Madrid, Spain.

^b Full Professor, Department of Restorative Dentistry, Faculty of Odontology, Complutense University, Madrid, Spain.

Correspondence: Professor José C. de la Macorra, Department of Restorative Dentistry, Faculty of Odontology, Complutense University, Plaza Ramón y Cajal s/n. Ciudad Universitaria, 28040 Madrid, Spain. Tel: +34-913-941-996, Fax: +34-913-941-999. e-mail: macorra@odon.ucm.es

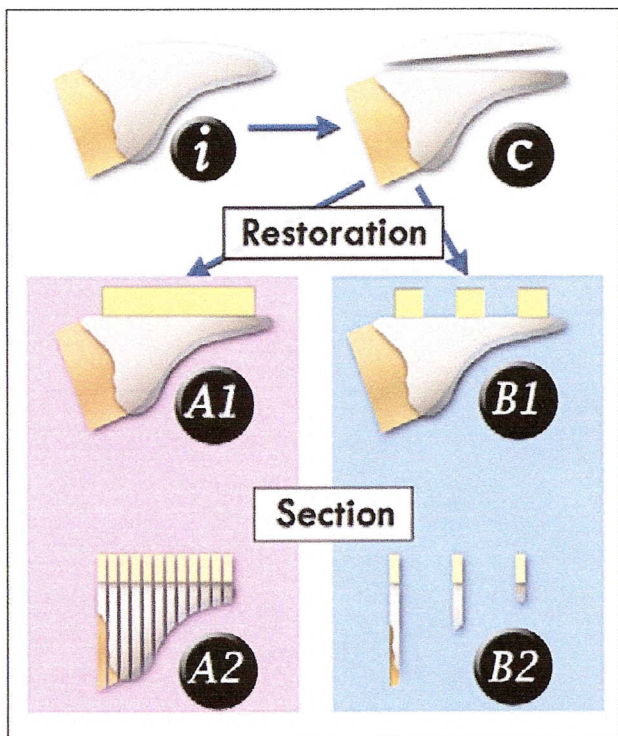


Fig 1. Preparation of specimens. i: bovine incisor with root removed. c: exposed labial dentin surface, A1: group A, restoration as a block, A2: group A, cutting of samples perpendicular to interface, B1: group B, restorations in gingival, central and incisal locations, B2: cutting of samples perpendicular to interface.

the resin in the collagen within the hybrid layer as it is displaced towards the center of the restoration.

It has been recently shown⁴⁰ that polymerization contraction causes differences in microtensile bond strength (μ TBS) of a light-curing resin composite bonded to enamel, that these differences are not caused by local differences in bonding characteristics of the substrate, and that they are directly related to the distance from the center of the composite resin curing mass.

The presence of high stress should be expected at the interface of a contracting gel mass bonded to a rigid structure.^{18,21} Accordingly, a tangential, shearing component of polymerization stress has been described in studies using finite element analysis (FEA) models^{29,34} or the photoelastic analysis^{31,32} of direct restorations. These stresses, calculated at the end of the theoretical polymerization process, ranged from about 4 to 6 MPa.^{5,24} Such lateral contributions to volumetric shrinkage, which would cause shearing stresses, would not be measured in experimental setups assessing stress or strain perpendicular to interface.^{49,52} Ensaif et al¹⁸ found that the stresses that were generated during polymerization concentrated at the corners of the faces of a direct bonded restoration, suggesting that stresses increase from the center of each face to its outer limits. Furthermore, in another recent FEA study,²³ a shift of external nodes to-

wards the center of the bonded interface was shown. Additionally, a concentration of stress adjacent to the bonded interface has been described in confinement situations.⁵¹

In order to assess the effect of polymerization contraction on μ TBS using different materials, the present study compared the distribution of μ TBS along bonded interfaces of three light-curing resin composites: two conventional bis-GMA-based composite resins (Filtek Z250, TPH Spectrum) and a low-shrinkage material.^{26,42}

MATERIALS AND METHODS

Specimen Preparation and Microtensile Testing

Forty-six extracted sound bovine incisors, stored in distilled water at room temperature, were used within a month after extraction. Roots were removed with a diamond saw (3031 CP/N Exakt; Norderstedt, Germany) (Fig 1, i) and each incisor's labial surface was ground in a grinder-polisher (Struers; Rodovre, Denmark) with 500-grit SiC paper to expose a flat dentin surface (Fig 1, c). Pulpal tissue was removed and the lingual aspect of the crown fragment glued (Superglue 3, Loctite; Madrid, Spain) to a 1 x 1 x 1 cm methacrylate mounting block. Samples were kept moist during all procedures, with their pulp chamber moist.

Three restorative materials (Filtek Z250 [Z250], TPH Spectrum [TPH], Filtek Silorane [SIL], Table 1) and two adhesive systems (ScotchBond 1XT for Z250 and TPH, and Filtek Silorane for SIL) were used to restore all exposed labial dentin surfaces, each in one of two standardized sequences (A: continuous, and B: separated), resulting in six experimental groups.

After surfaces in the A groups were prepared (see Table 1), samples were restored in one increment, from gingival to incisal, with a 4-mm-wide, 2-mm-high restorative composite resin buildup, placed along the labial surface. All restorations were evenly light cured following the sequence: gingival, central, and incisal. Each portion was cured for 20 s (Optilux 501, Demetron/Kerr; Orange, CA, USA, 800 mW/cm²) (Fig 1, A1).

In B groups, the same adhesive-resin composite combinations were used and light cured, but separately in three 4 x 2 x 2 mm buildups bonded to gingival, central and incisal parts of the prepared dentin surface, and light cured as in the A groups (Fig 1, B1). In them, special care was taken to avoid contact of different resin composite buildups and to position them on the dentin areas corresponding to incisal, central and gingival parts of restorations in the A groups.

After 24-h storage in a chamber with 100% humidity, each restored tooth glued to its methacrylate block was sectioned in both "x" and "y" directions, perpendicular to the adhesive interfaces under constant water cooling to produce 9 to 20 rectangular compound specimens per tooth, aligned from gingival to incisal positions in the A groups (Fig 1, A2). The total length of samples (MaxD, in mm) and relative location (distances -D-, in mm) with respect to gingival extremes of each restoration were registered.

In B groups, 6 specimens per tooth (2 gingival, 2 central and 2 incisal) were obtained (Fig 1, B2). All bonded areas

Table 1 Materials used in the study, composition and procedure used

Group	Adhesive	Manufacturer	Composition	Batch #	Procedure
SIL	Silorane system adhesive	3M ESPE St. Paul, MN, USA	Primer: phosphorylated methacrylates, polyalquenoic acid copolymer, bis-GMA, HEMA, water, ethanol, silica filler Adhesive Bond: hydrophobic functional monomers, camphorquinone, silica filler	7 AB	a, b, c d, c
Z250 & TPH	ScotchBond etchant	3M ESPE	37% phosphoric acid gel	4BT	e, f, g
	ScotchBond 1XT		Bis-GMA, HEMA, dimethacrylates, polyalquenoic acid copolymer, initiators, water and ethanol	174213	h, i, c+c
Group	Restorative		Composition	Batch #	Procedure
Z250	Filtek Z250 A3	3M ESPE	Bis-GMA, UDMA, bis-EMA resins, inorganic filler of 60% zirconium/silica by volume with a particle size range of 0.01 to 3.5 μm	20050210	j
SIL	Filtek Silorane A3	3M ESPE	Silorane, quartz, yttrium fluoride	4772A3	j
TPH	TPH Spectrum A3	Dentsply DeTrey	Bis-GMA, bis-HEMA, TEG-DMA, barium aluminoborosilicate glass	0706000634	j

a: 15 s rubbing application, b: air spreading, c: 10 s light curing, d: apply + air spreading, e: acid etching (15 s), f: rinse (15 s), g: air dry (10 s), h: one coat of adhesive system brushed for 10 s, i: gently air dried (5 s), j: light activation (in three 20-s periods by placing the lamp's tip at gingival, central and incisal sites 800 mW/cm²).

(BA) were measured with a digital caliper (Mitutoyo SPC, Mitutoyo; Tokyo, Japan) before microtensile bond strength testing.

Each specimen was rigidly fixed to a tensile testing device and submitted to tension in a universal mechanical testing machine (Hounsfield HTI 500N; Croydon, UK) until detachment, at a crosshead speed of 1 mm/min. Debonded areas were analyzed (40X) with a stereoscopic microscope (Leica MZ12, Leica Imaging Systems; Cambridge, UK) to determine the type of fracture (adhesive, cohesive or mixed). Only adhesively fractured specimens were included in the analysis.

Preparation of Data, Microtensile Test Results

Apparent tensile bond strength results are known to be influenced by the dimensions of BA.⁴⁵ In our research, interfaces of all specimens had different cross-sectional areas, with smaller ones producing higher apparent results (Fig 2). To sidestep this bias, a μTBS (in MPa) to BA (in mm²) regression curve of pooled results (SPSS 15, SPSS; Chicago IL, USA) was calculated using the LSD (least squares differences) method.

The rationale was that, if the results of the microtensile tests had been determined by BA alone, all of them would then have been aligned on this regression line. In our data this did not happen, and we consider vertical divergences of actual values to regression line (residuals, in MPa) to be caused by factors other than BA. In this study, such vertical residuals are deemed the dependent variable; variations hypothetically produced by the distance of the specimens to the center of the restoration are considered the independent variable.

Additionally, it may also have happened that values of bond strength to any of the bovine dentin used in this research resulted in consistently higher (or lower) μTBS values because of some unidentified specific tooth characteristic, such as (micro)structure, calcification or age. As our study deals with variations in residuals within each sample caused by the independent variable (distance to the center of the mass), only increases or decreases of bond strength relative to the same sample are to be considered. Therefore, residuals were transformed into fractional ranks (in %) within each sample, termed the dependent variable PTens with the formula $PTens = 100 \times R / \text{MaxR}$, where R is the residual for

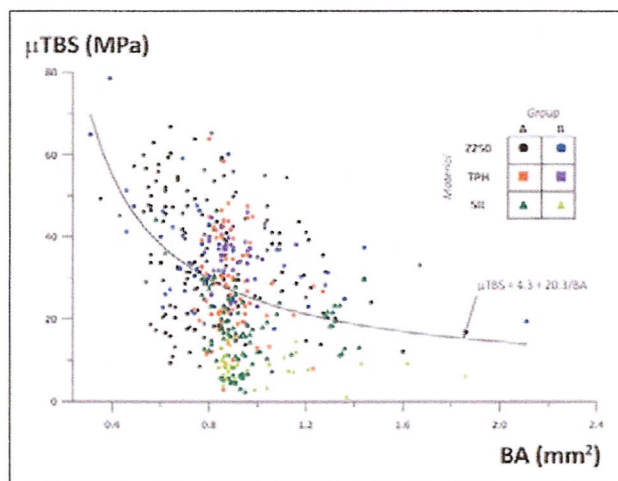


Fig 2 Relationship between BA (in mm²) and μ TBS (in MPa), per materials and groups.

that case, and MaxR the maximum residual for that specimen.

Distances to the Center of the Resin Composite Mass

Exposed dentin areas of teeth in the experimental A group had different extents; for this reason resin buildups in this group had diverse lengths and resulted in different numbers of specimens when sectioned.

The theoretical effect is distance related; therefore, distances of each specimen to the gingival end of its sample (D) were transformed to fractional ranks (in %), termed PDistance, with the formula: $PDistance = 100 \times D / MaxD$.

Statistical Analysis

To test correlation between PTens and PDistances, in group A, Spearman's ρ rank correlation coefficients (and their 95% confidence intervals) were calculated for each material and for each half of PDistance (from 0 to 50% and from 50 to 100%) (SPSS 15.0 for Windows, SPSS Inc, Chicago, IL, USA).

To assess if PTens in extremes (0 and 100% PDistances, pooled together) of restorations were significantly reduced in each material, differences of means between A and B groups were tested (Student's "t" tests).

Tensile bond strength tests to dentin of resin-based adhesives show high variability that cannot always be controlled throughout the experiment.⁹ In this report variability caused by fluctuations in specimen BAs, that modify the probability of finding a defect that would act as a stress-breaker during testing, is controlled via the adjustment of microtensile test results to bonded area (see above).

However, the most important remaining source of variability is size of defects.⁹ Weibull described⁵⁰ a function applicable to calculate the survival probability (Ps) at any tensile stress (σ), as $Ps = 1 - \exp(-(\sigma/\sigma_0)^\beta)$, where the β constant, (shape parameter, slope, or Weibull's modulus) is related to variability of μ TBS values.

Parameter σ_0 is the characteristic tensile bond strength, characteristic stress, or scale parameter,^{2, 38} and is related to the extension of the distribution along the stress axis of Weibull's plot. It is the fracture stress that one can expect that 63.2% of the specimens reach (i.e.: at this stress the probability of failure is 0.632). Higher values of this parameter correspond with higher dentin bond strengths. In our study, stresses at fracture of interfaces are computed as PTens, the fractional ranks of distances to the regression line, and are given in percentages.

To ensure an adequate number of specimens to be analyzed, PDistances were categorized in 11 categories in group A. In group B, category 1 was assigned to 0%, category 6 to 50% and category 11 to 100% PDistances (Table 2). Using Weibull ++ 7 software (Reliasoft Corporation, Tucson, AR, USA), σ_0 and β parameters, and their 95% CI, were calculated.

RESULTS

Microtensile Bond Strength Results

BA ranged from 0.31 to 2.1 mm² (mean = 0.8 mm², sd = 0.3). Regression of μ TBS test results of all valid specimens (groups A and B pooled together) to their BA values was found to be inverse (Fig 2), following $\mu TBS = 4.3 + 20.3/BA$ equation (μ TBS in MPa, BA in mm²). ANOVA's significance of regression $p < 0.0001$, ($r^2 = 0.17$).

Separations, in the ordinate axis, of each actual value to regression line (residuals, in MPa) were transformed to fractional ranks (in %) within each sample, into the dependent variable PTens.

Distances to the Center of the Resin Composite Mass

385 specimens were produced in group A, and 132 in group B. In A group, distances ranged between 6 and 10 mm. Number of valid and invalid (pre-test and other failures) specimens, per PDistance values, are shown in Table 2.

Fig 3 boxplot shows the relationship between PTens and PDistances in groups A and B, for each material.

Statistical Analysis

Analysis of effects of polymerization, by material

Spearman's nonparametric correlation test results (ρ and 95% confidence intervals) for the A group are shown in Table 3. For all materials ρ was positive for the first halves of restorations (0 to 50% PDistances) and negative for the second (50% to 100%).

From the overlapping of 95% CIs with zero values in Fig 4, it can be seen that ρ values were significantly different from 0 in both halves for Z250 and TPH materials. This did not happen for SIL material. For the first two materials, increased distance to the center of the restorations significantly corresponded with decreasing of PTens.

Differences between means of groups

For all materials, PTens values in extremes of restorations (pooled 0 and 100% PDistances) in the A group were smaller than corresponding values in the B group (Table

Table 2 Number of samples (n_s), and of valid and non-valid (PTF) specimens, per PDistances (in %)

PDistance	PDistance (categorized)	Group															
		A (experimental)									B (control)						
		Z250 ($n_s = 12$)			TPH ($n_s = 6$)			SIL ($n_s = 6$)			Z250 ($n_s = 10$)			TPH ($n_s = 6$)		SIL ($n_s = 6$)	
		PTF	Valid	Total	PTF	Valid	Total	PTF	Valid	Total	PTF	Valid	Total	Valid	Total	Valid	Total
0.0	1	8	15	23	3	9	12		12	12	4	16	20	12	12	12	12
11.1	2	1	1	2													
12.5		3	4	7	1	5	6	4	4								
14.3		1	7	8		2	2	8	8								
16.7			4	4		4	4										
20.0	3		2	2													
22.2			2	2													
25.0		1	6	7		6	6	4	4								
28.6	4	1	7	8		2	2	8	8								
33.3			6	6		4	4										
37.5	5		7	7		6	6	4	4								
40.0			2	2													
42.9		1	7	8		2	2	8	8								
44.4			2	2													
50.0	6	2	9	11			10	10	4	4	2	18	20	12	12	12	12
55.6	7		2	2													
57.1			8	8		2	2	8	8								
60.0			2	2													
62.5		1	6	7		6	6	4	4								
66.7	8	1	5	6	1	3	4										
71.4			8	8		2	2	8	8								
75.0	9		7	7		6	6	1	3	4							
77.8			2	2													
80.0			2	2													
83.3	10	2	2	4		4	4										
85.7		1	7	8		2	2	8	8								
87.5		1	6	7		6	6	2	2	4							
88.9			2	2													
100.0	11	6	17	23	2	10	12	3	9	12	4	16	20	12	12	12	12

4). These differences were statistically significantly (Student's t-test) only for Z250 ($p = 0.004$) and TPH ($p = 0.008$).

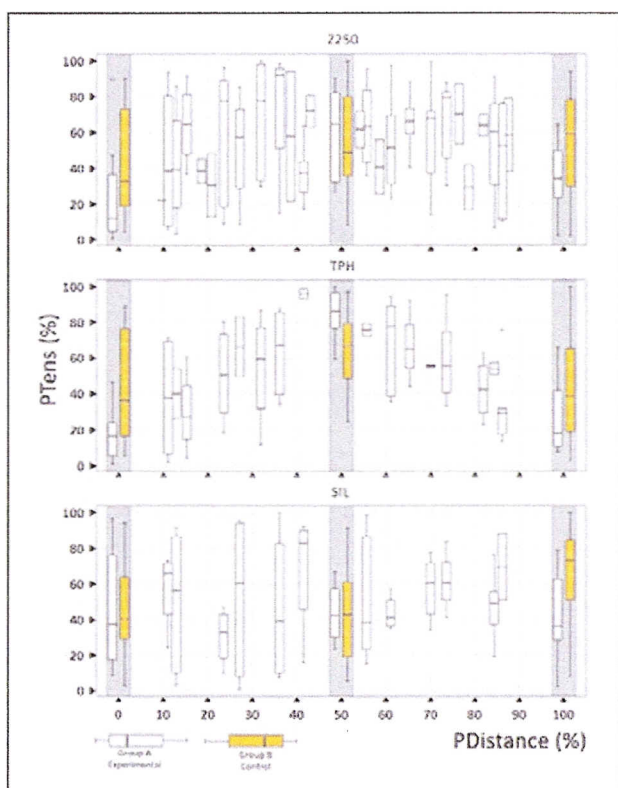
Weibull analysis

Weibull analysis results of characteristic stresses (σ_0) and their 95% CI are shown in Fig 5 by material and categorized PDistances. Distribution was very similar to that of PTens: decreasing from the center to outer bounds of

Table 3 Spearman's correlation test results (ρ) and 95% CI

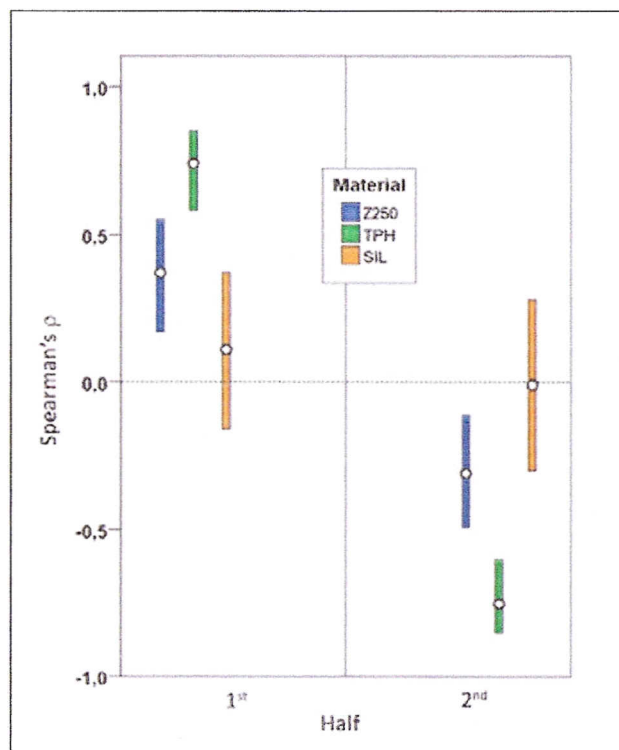
Halves of restorations (group A)	Material	ρ	95% CI	
			Inf.	Sup.
1 st (PDistances 0 to 50%)	Z250	0.37	0.17	0.55
	TPH	0.74	0.58	0.85
	SIL	0.11	-0.16	0.37
2 nd (PDistances 50% to 100%)	Z250	-0.31	-0.49	-0.11
	TPH	-0.75	-0.85	-0.60
	SIL	-0.01	-0.30	0.28

ρ : Spearman's correlation coefficient. 95% CI: 95% confidence intervals.

**Fig 3** Boxplots of PTens, by percentage of distances to gingival ends of restorations (PDistances, in %).

restorations for Z250 and TPH. This was not obvious for SIL.

Evaluation of overlapping Weibull's characteristic stresses' 95% CIs showed that σ_0 was significantly lower in group A than in B at external locations (PDistance categories 1 and 11) in Z250 and TPH groups. This did not happen in category 11 of the SIL group.

**Fig 4** Spearman's tests results (ρ) and 95% CI. All materials show a positive (increasing) correlation in the first half of restorations (from 0 to 50% PDistances) and a negative one (decreasing) in the second half (from 50% to 100% PDistances). Correlations are statistically significant for Z250 and TPH, and not significant for SIL (they overlap zero-value line).

DISCUSSION

In this study, variations in tensile bond strength of three commercial restorative materials were analyzed along longitudinal resin/dentin interfaces in bovine teeth. For Filtek Z250 and Spectrum TPH, distances to the center of the curing mass correlated with the microtensile resistance of

Table 4 Student's t tests results, comparing PTens between A and B groups

Material	d	p
Z250	-19.8	0.004
TPH	-21.3	0.008
SIL	-12.4	0.17

d: PTens means difference between A (experimental) and B (control) groups. p: Student's t-test result (significance)

the interface: microtensile values decreased from the center to the edges of the restorations. This decrease was statistically significant for both materials.

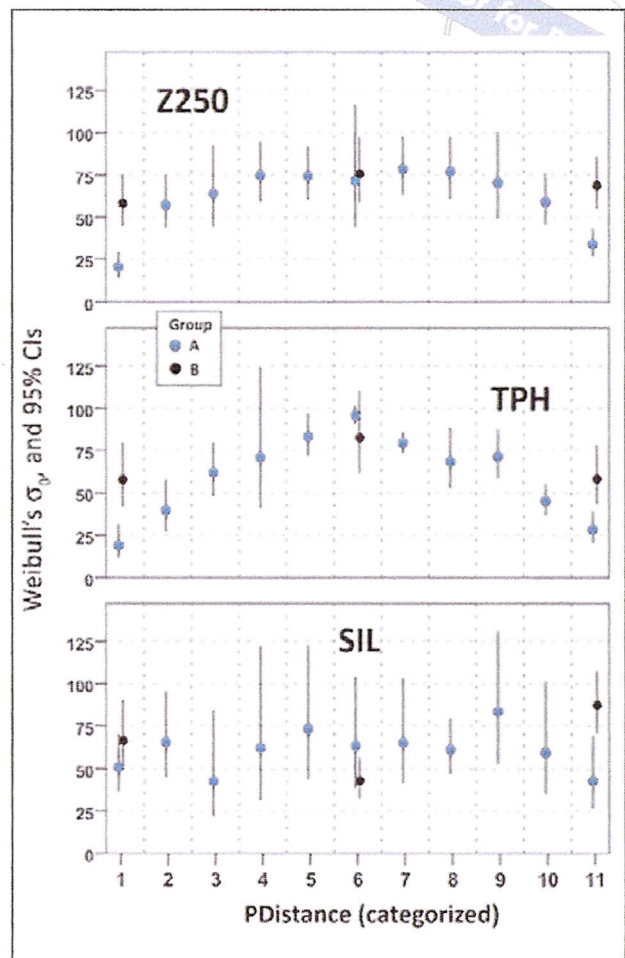
Bovine teeth were used because their dentin is similar to that of humans,^{12,33,44} and a magnification of the effect was intended; the large labial surfaces of these teeth made it possible: restorations were rather lengthy (approximately 10 to 11 mm), possibly more than the ones that can be produced in human teeth.

Morphological differences between different locations in the vestibular dentin (incisal, central or gingival, distant in this study) of bovine incisors that could have confounded our results can be excluded because in group B, where no relevant effect of polymerization contraction was expected, results were higher than in group A at the corresponding locations.

Differences in total length of restorations among different samples made it necessary to transform distances of specimens to gingival margins into PDistances, a percentage of the maximum length of each sample. This allowed comparing samples of different lengths.

Two different adhesives were used in this report to bond restorative materials to dentin. Filtek Z250 and TPH Spectrum were bonded using ScotchBond 1XT, and the Silorane system adhesive was used with Filtek Silorane (see Table 1). This could possibly have had an effect on the results, since the two materials showing a correlation of PTens to PDistance were bonded using a common adhesive, and the material that did not show this correlation (Filtek Silorane) was bonded using a different one. The Silorane system adhesive is a dedicated adhesive system, specifically designed to be used in combination with Filtek Silorane restorative and not intended to work with any other restorative.

The wide variations in BA (range in A and B pooled groups = 0.31 to 2.1 mm²) was seemingly a result of variations in the tension of the diamond saw during preparation of different specimens. Furthermore, specimens in our protocol were not manipulated after cutting: there was no additional refinement of BA, for instance, to produce hourglass-shaped sticks. Microtensile test results were transformed to residuals to the BA/ μ TBS regression line to compensate such differences. This cannot be done through an ANOVA with random effects test, because one of the assumptions of this test was that the relationship between BA and μ TBS was pro-

**Fig 5** Characteristic stress (σ_0) and 95% confidence intervals.

portional; it has been shown to be linear,⁴³ inverse¹⁹ as also in this report, logarithmic,⁴⁵ or exponential.⁴⁶

Pearson's correlation coefficient of μ TBS to BA regression was low ($r^2 = 0.17$). This was probably caused by intrinsic variability of samples and because two magnitudes, BA and the dependent variable PDistance, both underlie the analysis and the adjustment was calculated only for BA.

If this relationship is studied in A and B groups separately, it is more obvious in group B than A. There are reasons: in group B the hypothesized effect of shearing strains towards the center is not present, as it is conceived to be the control group. Conversely, in experimental group A, the effect is maximized, producing more dispersion.

It has to be remarked that this method of adjusting μ TBS to BA differences somehow complicates clinical interpretation of results. First, μ TBS values are reduced to residues by subtracting the value of the regression for that BA from the actual μ TBS value. This produces residues lower than μ TBS values, roughly half of them being negative (ie, resulting from μ TBS values placed below regression line). Then, residues were transformed to fractional ranks (in %) within

each sample into the dependent variable PTens. This allows comparisons between results obtained from samples having different mean μ TBS caused by uncontrolled specific features of teeth.

The resulting PTens dependent variable had a coefficient of variation (CV = standard deviation/mean) of around 0.4 to 0.5. Despite this high CV, differences in PTens between the center (PDistance = 50%) and the edges of restorations (PDistance = 0 and 100%, pooled) were statistically significant for Z250 and TPH, and a statistically significant correlation was described between PDistance and PTens for both halves of restorations for Z250 and TPH groups.

Restorations were semi-constrained, as they were bonded along one of their large surfaces, and they were not totally free to shrink. In this situation, internal stresses transferred to interfaces^{40,47} and in some way weakened the bonds to the adherent.⁵¹ In our study, such stresses seemed to be unequally distributed along the interface, because polymerization contraction in light-curing resins is directed not towards the light but according to its boundary conditions.^{3,14}

The configuration factor of restorations in this study was about 0.3, with an adapted aspect ratio (distance/height) of 5, measured along the length.⁴⁹ A relationship with this length seems to be clear, given the apparent relationship between percentage distance to the center and percentage decrease.

In determinations of polymerization shrinkage kinetics of visible-light cured materials by the bonded-disk method,⁴⁸ deformation after post-gel polymerization was measured, and horizontal strain was not detected. However, even in the presence of a subdetectable strain, a high stress can appear, given the rigidity of the glass. As in the current report, development of interfacial shearing stress is guaranteed given the dissimilarity of both the tooth and restoration phases of interface.^{25,39}

When PTens values were compared within the same teeth between central and peripheral regions, results of other reports^{22,36,37,52} differed from ours in that no statistically significant differences were found, although μ TBS data tended to be lower at the periphery. As the theorized effect is distance related, and restoration dimensions significantly influence contraction stress values,²³ it may have happened that distances used in the cited reports were not large enough to have a detectable influence. Bonded areas larger than the ones intentionally used in this study would produce detectable peripheral differences even if they were not hypothesized or expected. Although transforming μ TBS into a PTens variable makes conversion into a direct clinical figure difficult, our results showed that the bonding to interface decreased 40% (Z250) and 70% (TPH) for two of the materials tested. The other one (SIL) showed a 13% decrease, which was not statistically significant. The effect was present in all materials, with different consequences. Reasons for these differences could be viscosity^{13,30} or efficacy of the curing system.^{4,7} Volumetric shrinkage of Z250 has been reported as 0.99%, while in the same study, TPH results were of 1.6%.⁴¹

To analyze Weibull distributions, PDistance data were categorized (11 categories) in order to have cases enough in each group. The distribution of Weibull characteristic stresses (σ_0) was similar to that of PTens (compare Figs 3 and 5)

because values of this parameter are linked to dentin bond strengths. Statistically significant differences between A and B groups can be identified in Fig 5, observing the lack of overlapping of 95% confidence intervals at both extremes of Z250 and TPH restorations, while the differences were statistically not significant in central positions. For SIL materials, differences were not significant in incisal and central positions, while it was significant for gingival sites. This difference cannot be explained in our protocol. A possible cause is the low number of cases in both A and B groups at those positions (9 and 12, respectively).

PDistances of specimens were separated in halves (first, 0 to 50% and second, 50% to 100%) when the Spearman's test was performed, because the effect was hypothesized to be symmetrical, with positive and negative relationships that would otherwise mask each other.

There was a significant correlation between PDistance and PTens for Z250 and TPH materials for both halves of restorations in group A. For both materials, PTens decreased moving away from the center towards periphery (see Fig 4). This did not happen for SIL: a correlation existed (see Fig 4), but it was not significant, since the 95% CIs included zero values. There is an influence of the relative distance to the center of the restoration on the tensile resistance of the interface. This influence seems to be higher for TPH, since correlation coefficient's 95% CIs are significantly higher than that of other materials.

Pre-test failures (PTF in Table 2) were not included in the analysis. According to our results, it is likely that shearing stresses towards the center did damage the interface in some samples, causing a premature failure of specimens obtained from certain parts of them. We decided to exclude them from analysis for two reasons: (i): Assigning them an arbitrary value (normally, zero) would also be unreal: it is presumed that the specimens debonded because their resistance was very low, but not zero. The real value is probably very small but still undetermined. (ii): Including such extremely low values in the analysis would connote that they were considered as expected values. Mean PTens values are not zero, and extreme values, the ones that PTF should be associated with, are far from them. To exclude them from analysis is to recognize that they are unusual and do not represent their group.

Lower contraction stresses of low-shrinkage resin composite compared to microhybrid and nanofilled hybrids have been reported.¹¹ There are no reports on dislodging of the adhesive or the resin composite at the periphery of restorations due to shearing stresses, other than descriptions of gaps, hypothetically caused by tensile stresses in the interface. There is no information on possible morphological changes associated with the effects described in this report, although a drop in interfacial mechanical quality is apparent. Morphological studies should be conducted to find out the characteristics of the interface in the described conditions.

CONCLUSION

For Filtek Z250 and TPH Spectrum, distances to the center of the curing mass correlated with the microtensile re-

sistance of the interface: microtensile values significantly decreased from the center to the periphery of the restorations. This decrease was not significant for Filtek Silorane.

Even in cases of favorable configuration factor, polymerization shrinkage in large restorations can reduce interface mechanical characteristics. The relevance of this decrease has yet to be established.

ACKNOWLEDGMENTS

The study was performed as partial fulfillment of PhD requirements (E. Cabrera). The research was conducted under a contract between 3M ESPE and Complutense University (JC de la Macorra).

REFERENCES

- Alvarez-Gayosso C, Barcelo-Santana F, Guerrero-Ibarra J, Saez-Espinola G, Canseco-Martinez MA. Calculation of contraction rates due to shrinkage in light-cured composites. *Dent Mater* 2004;20:228-235.
- Anusavice KJ. Informatics systems to assess and apply clinical research on dental restorative materials. *Adv Dent Res* 2003;17:43-48.
- Asmussen E, Peutzfeldt A. Direction of shrinkage of light-curing resin composites. *Acta Odontol Scand* 1999;57:310-315.
- Asmussen E, Peutzfeldt A. Polymerization contraction of resin composite vs. Energy and power density of light-cure. *Eur J Oral Sci* 2005;113:417-421.
- Barink M, van der Mark PC, Fennis WM, Kuijs RH, Kreulen CM, Verdon-schot N. A three-dimensional finite element model of the polymerization process in dental restorations. *Biomater* 2003;24:1427-1435.
- Baroudi K, Saleh AM, Silikas N, Watts DC. Shrinkage behaviour of flowable resin-composites related to conversion and filler-fraction. *J Dent* 2007; 35:651-655.
- Braga R, Ballester R, Ferracane J. Factors involved in the development of polymerization shrinkage stress in resin-composites: A systematic review. *Dent Mater* 2005;21:962-970.
- Braga RR, Ferracane JL. Alternatives in polymerization contraction stress management. *Crit Rev Oral Biol Med* 2004;15:176-184.
- Burrow MF, Thomas D, Swain MV, Tyas MJ. Analysis of tensile bond strengths using weibull statistics. *Biomater* 2004;25:5031-5035.
- Cabrera E, de la Macorra JC. Polymerization shrinkage influences microten-sile bond strength. *J Dent Res* 2007;86:227-231.
- Cadenaro M, Biasotto M, Scuro N, Breschi L, Davidson CL, Di Lenarda R. Assessment of polymerization contraction stress of three composite resins. *Dent Mater* 2008;24:681-685.
- Camargo MA, Marques MM, de Cara AA. Morphological analysis of human and bovine dentine by scanning electron microscope investigation. *Arch Oral Biol* 2008;53:105-108.
- Charton C, Falk V, Marchal P, Pla F, Colon P. Influence of tg, viscosity and chemical structure of monomers on shrinkage stress in light-cured dime-thacrylate-based dental resins. *Dent Mater* 2007;23:1447-1459.
- Cho BH, Dickens SH, Bae JH, Chang CG, Son HH, Um CM. Effect of interfa-cial bond quality on the direction of polymerization shrinkage flow in resin composite restorations. *Op Dent* 2002;27:297-304.
- Davidson CL, de Gee AJ. Relaxation of polymerization contraction stresses by flow in dental composites. *J Dent Res* 1984;63:146-148.
- Davidson CL, de Gee AJ, Feilzer A. The competition between the compos-ite-dentin bond strength and the polymerization contraction stress. *J Dent Res* 1984;63:1396-1399.
- Davidson CL, Feilzer AJ. Polymerization shrinkage and polymerization shrinkage stress in polymer-based restoratives. *J Dent* 1997;25:435-440.
- Ensaff H, O'Doherty DM, Jacobsen PH. The influence of the restoration-tooth interface in light cured composite restorations: A finite element analysis. *Biomater* 2001;22:3097-3103.
- Escribano NI, Del-Nero MO, de la Macorra JC. Inverse relationship between tensile bond strength and dimensions of bonded area. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2003;66:419-424.
- Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL. Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration. *J Dent Res* 1987;66:1636-1639.
- Ferracane JL. Developing a more complete understanding of stresses pro-duced in dental composites during polymerization. *Dent Mater* 2005; 21:36-42.
- Gamborgi GP, Loguercio AD, Reis A. Influence of enamel border and regional variability on durability of resin-dentin bonds. *J Dent* 2007;35:371-376.
- Goncalves F, Pfeifer CSC, Meira JBC, Ballester RY, Lima RG, Braga RR. Poly-merization stress of resin composites as a function of system compliance. *Dent Mater* 2008;24:645-652.
- Hubsch PF, Middleton J, Knox J. A finite element analysis of the stress at the restoration-tooth interface, comparing inlays and bulk fillings. *Biomater* 2000;21:1015-1019.
- Huo B. An inhomogeneous and anisotropic constitutive model of human dentin. *J Biomechanics* 2005;38:587-594.
- Ilie N, Hickel R. Macro-, micro- and nano-mechanical investigations on silorane and methacrylate-based composites. *Dent Mater* 2009;22:21.
- Ilie N, Kunzelmann KH, Hickel R. Evaluation of micro-tensile bond strengths of composite materials in comparison to their polymerization shrinkage. *Dent Mater* 2006;22:593-601.
- Jørgensen KD, Asmussen E, Shimokobe H. Enamel damages caused by contracting restorative resins. *Eur J Oral Sci* 1975;83:120-122.
- Katona TR, Winkler MM. Stress analysis of a bulk-filled class V light-cured composite restoration. *J Dent Res* 1994;73:1470-1477.
- Kim LU, Kim JW, Kim CK. Effects of molecular structure of the resins on the volumetric shrinkage and the mechanical strength of dental restorative composites. *Biomacromolecules* 2006;7:2680-2687.
- Kinomoto Y, Torii M. Photoelastic analysis of polymerization contraction stresses in resin composite restorations. *J Dent* 1998;26:165-171.
- Kinomoto Y, Torii M, Takeshige F, Ebisu S. Comparison of polymerization contraction stresses between self- and light-curing composites. *J Dent* 1999;27:383-389.
- Krifka S, Börzsönyi A, Koch A, Hiller K-A, Schmalz G, Friedl K-H. Bond strength of adhesive systems to dentin and enamel – human vs. bovine primary teeth in vitro. *Dent Mater* 2008;24:888-894.
- Laughlin GA, Williams JL, Eick JD. The influence of system compliance and sample geometry on composite polymerization shrinkage stress. *J Biomed Mater Res* 2002;63:671-678.
- Lee I-B, Cho B-H, Son H-H, Um C-M, Lim B-S. The effect of consistency, specimen geometry and adhesion on the axial polymerization shrinkage measurement of light cured composites. *Dent Mater* 2006;22:1071-1079.
- Loguercio AD, Barroso LP, Grande RHM, Reis A. Comparison of intra- and intertooth resin-dentin bond strength variability. *J Adhes Dent* 2005;7:151-158.
- Loguercio AD, Uceda-Gomez N, Carrilho MR, Reis A. Influence of specimen size and regional variation on long-term resin-dentin bond strength. *Dent Mater* 2005;21:224-231.
- McCabe JF, Carrick TE. A statistical approach to the mechanical testing of dental materials. *Dent Mater* 1986;2:139-142.
- Meira JBC, Braga RR, de Carvalho ACP, Rodrigues FP, Xavier TY, Ballester RY. Influence of local factors on composite shrinkage stress development - a finite element analysis. *J Adhes Dent* 2007;9:499-503.
- Nayif M, Nakajima M, Aksornmuang J, Ikeda M, Tagami J. Effect of adhe-sion to cavity walls on the mechanical properties of resin composites. *Dent Mater* 2008;24:83-89.
- Oberholzer TG, Pameijer CH, Grobler SR, Rossouw RJ. Volumetric polymeri-sation shrinkage of different dental restorative materials. *J So African Dent Assoc* 2004;59:8-12.
- Palin WM, Fleming GJP, Nathwani H, Trevor Burke FJ, Randall RC. In vitro cuspal deflection and microleakage of maxillary premolars restored with novel low-shrink dental composites. *Dent Mater* 2005;21:324-335.
- Phruksakorn S, Burrow MF, Tyas MJ. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. *Dent Mater* 1998;14:120-128.
- Reis AF, Giannini M, Kavaguchi A, Soares CJ, Line SRP. Comparison of mi-crotensile bond strength to enamel and dentin of human, bovine, and porcine teeth. *J Adhes Dent* 2004;6:117-121.
- Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, Pashley DH. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength – evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater* 1994;10:236-240.
- Shono Y, Terashita M, Pashley EL, Brewer PD, Pashley DH. Effects of cross-sectional area on resin-enamel tensile bond strength. *Dent Mater* 1997; 13:290-296.
- Watts DC. Reaction kinetics and mechanics in photo-polymerised net-works. *Dent Mater* 2005;21:27-35.
- Watts DC, Cash AJ. Determination of polymerization shrinkage kinetics in vis-ible-light-cured materials: Methods development. *Dent Mater* 1991; 7:281-287.

49. Watts DC, Marouf AS. Optimal specimen geometry in bonded-disk shrinkage-strain measurements on light-cured biomaterials. *Dent Mater* 2000; 16:447-451.
50. Weibull W. A statistical distribution function of wide applicability. *J Appl Mechanics* 1951;293-297.
51. Witzel MF, Ballester RY, Meira JB, Lima RG, Braga RR. Composite shrinkage stress as a function of specimen dimensions and compliance of the testing system. *Dent Mater* 2007;23:204-210.
52. Yeşilyurt C, Bulucu B. Bond strength of total-etch and self-etch dentin adhesive systems on peripheral and central dentinal tissue: A microtensile bond strength test. *J Contemp Dent Pract* 2006;7:26-36.

Clinical relevance: For Filtek Z250 and TPH Spectrum, distances to the center of the curing mass correlated with the microtensile resistance of the interface: microtensile values significantly decreased from the center to extremes of the restorations. Even in cases of favorable configuration factor, polymerization shrinkage in large restorations can reduce interface mechanical characteristics.

3.3. EFECTOS DE LA CONTRACCIÓN DE POLIMERIZACIÓN EN LA MICRORRESISTENCIA ADHESIVA DE LA INTERFASE ENTRE UN CEMENTO DE RESINA Y DENTINA

Título original: Effects of polymerization contraction on interface's μ TBS of luting material and dentin.

Publicado en Clinical Oral Investigation 2010 Apr; 14(2): 207-16.

Resumen

La contracción de polimerización de los cementos de resina compuesta produce una gran cantidad de estrés a nivel de la interfase. Debido al poco espesor del material y la rigidez de la restauración que retiene, la deformación que alivia el estrés de contracción se ve muy limitada. Este estudio describe el efecto de las tensiones tangenciales en la microrresistencia adhesiva de la interfase entre un cemento de resina y dentina.

Para la realización del estudio se usaron las coronas de 18 incisivos bovinos a las que se pulió el esmalte vestibular hasta exponer una superficie plana de dentina y se dividieron en dos grupos según el modo de restauración. Tras la técnica adhesiva de grabado ácido total y la aplicación del adhesivo (Excite DSC), en cada muestra del grupo A (n=12) se cementó un bloque rectangular (2x3x11 mm) de resina compuesta para restauraciones indirectas (Adoro) previamente polimerizado con un cemento de resina (Variolink II). En el grupo B (n=6) el mismo bloque de resina compuesta se cementó en tres partes separadas en los márgenes y en el centro. En los dos grupos se usó un espaciador de 20 μ m para conseguir un espesor de cemento similar en todos los casos. Tras la eliminación de los excesos de material y su correcta polimerización, se mantuvieron los especímenes durante 24 horas en cámara de humedad antes de proceder al corte perpendicular a la interfase para el método de microtracción. Las barritas obtenidas de cada espécimen se sometieron a tensión en una máquina universal hasta su despegamiento. En el análisis intragrupo, los resultados de microrresistencia

adhesiva decrecieron del centro a los extremos en el grupo A (test de Spearman $p < 0.0008$) y no en el grupo B, donde no se encontraron diferencias significativas en las tres localizaciones. En el análisis intergrupo, los resultados de microrresistencia fueron mayores en los extremos del grupo B que los del grupo A y similares en la posición central. El análisis de Weibull mostró que el módulo m de los vectores de fuerzas y el estrés característico que sufren las restauraciones cementadas completamente del grupo A también decrecen del centro a la periferia.

Como conclusión, la resistencia mecánica de la interfase adhesiva entre un material de cementado y la dentina decrece del centro a la periferia de la restauración, siendo la contracción de polimerización la causa principal de este efecto.

Effects of polymerization contraction on interface's μ TBS of luting material and dentin

Elena Cabrera · José C. de la Macorra

Received: 28 July 2008 / Accepted: 5 May 2009
© Springer-Verlag 2009

Abstract Polymerization contraction of composite resin luting materials is known to produce high stresses in the interfaces being cemented that are described as perpendicular to them. This study describes the effect of shearing strains of curing luting materials on microtensile bond strength (μ TBS) of interfaces. A flat surface of labial dentin of bovine incisors was exposed and teeth randomly assigned to A ($n=12$) or B ($n=6$) groups. Adoro rectangular ($2 \times 3 \times 11$ mm) restorative composite resin blocks were cemented (Excite DSC+ Variolink II) completely (group A) or partially (group B, only on extremes and center) occupying luting space. After visible light curing, stick compound bars were sectioned perpendicular to interface and submitted to tension until detachment. μ TBS decreased from the center to the extremes in group A (Spearman tests $p < 0.0008$) and not in group B, where μ TBS was higher in extremes than in correspondent locations in group A and equivalent to that in group A in the central location. Weibull's analysis showed that m modulus and characteristic stresses also decreased from the center to periphery of restorations in group A. Mechanical resistance of bonded interface of a luting material and dentin decreases peripherally, and this reduction is caused by polymerization contraction.

Keywords Polymerization contraction · Luting · Contraction stress · Weibull's analysis · Microtensile test

Introduction

In adhesive dentistry, resin-based luting cements are commonly used for ceramic- or resin-based esthetic restorations [1]. Despite of their clear advantages regarding their superior mechanical resistance, the possibility of accomplishing adhesion both to tooth and restoration, the compatibility with other materials, or the many colors in which they are available, polymerization contraction stresses have been an issue nearly since their introduction [2] because they have been shown to potentially have a detrimental effect on the adhesive strength of the composite cement [3, 4].

These stresses were described in 1991 as affecting the bond to dental substrate instead of its cohesive strength because attachment to dentin was not yet formed when the hardening stress developed [3]. Polymerization stresses in light-cured composite resins develop fast with conventional light polymerization and extremely faster when high output lights are used [5–9]. As an example, stress-building rates of 500- μ m layers (C factor=5) of dual-cured resin-based luting materials have been measured to range 9 to 31 MPa/min [4] and to be of 0.32 MPa/s for a 840- μ m layer of a restorative composite resin in a cementing situation (C factor=3) [10]. These stresses in resin cement films are supposed to depend on the ability to yield elastically when a force is applied (i.e., on the compliance) of the substrate materials [11].

It is likely that they may have an effect on the interface because of its incomplete development. Although the time required to reach the conversion plateau for polymerization of an actual adhesive is impossible to specify to all resins and lights, it is obvious that different comonomer systems contain different weight fractions of the cross-linking monomers [12] and that the efficacy of the initiator systems

E. Cabrera · J. C. de la Macorra (✉)
Conservative Dentistry Department, Faculty of Odontology,
Complutense University,
Plaza Ramon y Cajal s/n, Ciudad Universitaria,
28040 Madrid, Spain
e-mail: macorra@odon.ucm.es

E. Cabrera
e-mail: elenacabrerajeronomo@yahoo.es

varies between materials [13]. Total reaction times (time after which no reaction may occur) of various adhesives have been measured, in anaerobic conditions in order to avoid presence of an oxygen inhibited layer, to range between 46 and 126 s when a 600-mW/cm² output was used [14]. In these circumstances, polymerization contraction stresses are formed before completion of maturation of the adhesive.

Presence of high stress can be expected at the interface of a contracting gel mass bonded to a rigid structure [15, 16]. Accordingly, a tangential, shearing component of polymerization contraction stresses has been described in studies using finite-element analyzed (FEA) models of direct restorations [17–20]. These stresses, calculated at the end of the theoretical polymerization process, ranged from *circa* 4 to 6 MPa [21, 22].

Such lateral contributions to volumetric shrinkage [23], that would cause shearing stresses, would not be measured in experimental setups assessing stress or strain perpendicularly to interface [24–26], as in the bonded-disk method [27], in which a disk of composite resin is light-cured while adhesively sandwiched between a rigid glass-base and a flexible glass cover-slip. Shrinkage of the composite resin disk would, in this situation, be restricted to the vertical dimension being the lateral components of stress negligible. Nevertheless, in a photoelastic analysis of cylindrical resin cavities restored in bulk with a resin composite showed, at internal angles, a trend for higher stress values when greater diameters were used [28]. In an FEA analysis in which a perfect adhesion of the cement was assumed, authors state that the substrate would restrict the contraction of the resin cement [29], leading to large compressive stresses of the flaws of the substrate, at the interface with the cement. Such stresses would not be expected to build up if perfect adhesion did not exist but a displacement of the cementing material.

The direction of shrinkage is towards the bonded interface [30–33] or the mechanical interlocking [34], if any is present, because it is the consequence of a complex interplay of the direction of the curing light, the material's attachment, and its thickness [30, 34, 35]. This is especially interesting in cementing resins, where available space for the luting material is almost completely surrounded by two confronted bonded interfaces, near one to each other. Apart from the extremely unfavorable configuration factor of the cementing space, extension of these interfaces has hypothetically to play a role because the luting material will, while curing, act as a unique mass and tend to maintain its cohesion. This is conflicting with the fact that because volumetric contraction the outer extremes of the material will be in theory obliged to approach towards the center.

Whether such shearing strains deteriorate the immature interface is an interesting research question. This report

assesses the mechanical resistance (through its microtensile bond strength, μ TBS) of a bonded interface created by a composite resin cementing a rectangular resin composite inlay to dentin. Hypothesis is that, if such strains have an effect on interface, this effect will be proportionally related to distance to the center of the mass.

Material and methods

Eighteen bovine incisors, stored in distilled water at room temperature for a maximum of 1 month after extraction, were used. Roots were removed (Fig. 1, 1; 3031 CP/N Exakt diamond band saw, Norderstedt, Germany) and each incisor's labial surface was grounded in a grinder polisher (Struers A/S Dap-7, Rodovre, Denmark) with 500-grit SiC paper until dentin was exposed (Figs. 1 and 2). Pulpal tissue was carefully removed with pliers. Specimens were kept humid during all procedures, with their pulp chamber moist.

Dentin surfaces were etched (total etch, 15 s), washed (15 s), and gently air-dried (5 s). Adhesive (Excite DSC) was applied and solvent was evaporated (gentle air blow, 5 s). Luting material (Variolink II base + catalyst) was applied, as described below, to Adoro parallelepiped

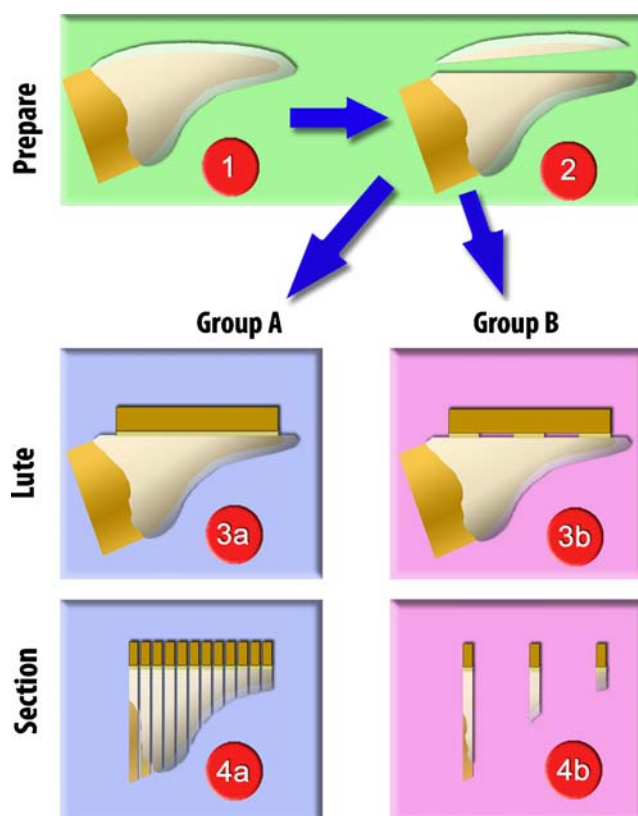
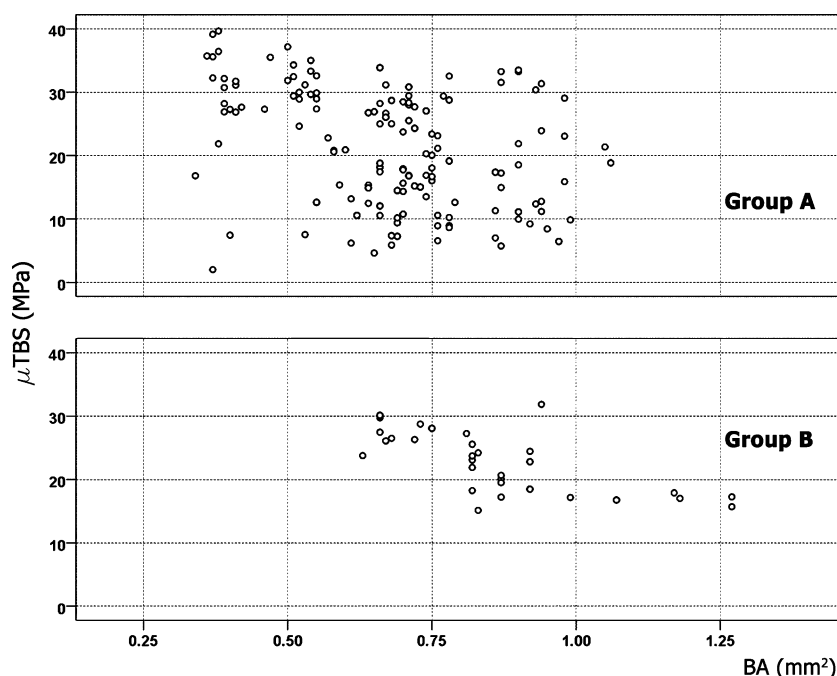


Fig. 1 Preparation of specimens

Fig. 2 Relationship between μ TBS and BA, *per* groups. In group A, relationship is not evident because it is masked by the effect of distance. This does not happen in group B, where relationship is obvious, because the effect of distance is not present



(approximately $2 \times 3 \times 11$ mm) restorative resin blocks previously cleaned with phosphoric acid (total etch, 60 s), thoroughly washed (30 s), and thoroughly air-dried (5 s). See Table 1 for description of the materials used.

To guarantee a consistent cement thickness in all samples, a peripheral rigid spacer plastic sheet (20- μ m thickness) was used in all specimens. Restorative resin blocks were cemented to exposed dentin following two different protocols, according to which two groups were defined A ($n=12$) and B ($n=6$). In group A, resin blocks were cemented by placing the luting material on the complete extension of their larger aspect, facing dentin (Figs. 1 and 3, a). In Group B, luting material was applied limited to small portions exclusively in incisal, central, and gingival parts of the larger aspect of the restorative resin block (Figs. 1 and 3, b). Extreme care was taken to ensure that such portions of cementing material were restricted to extremes and center of the respective cementation space by using only limited amounts of cementing material.

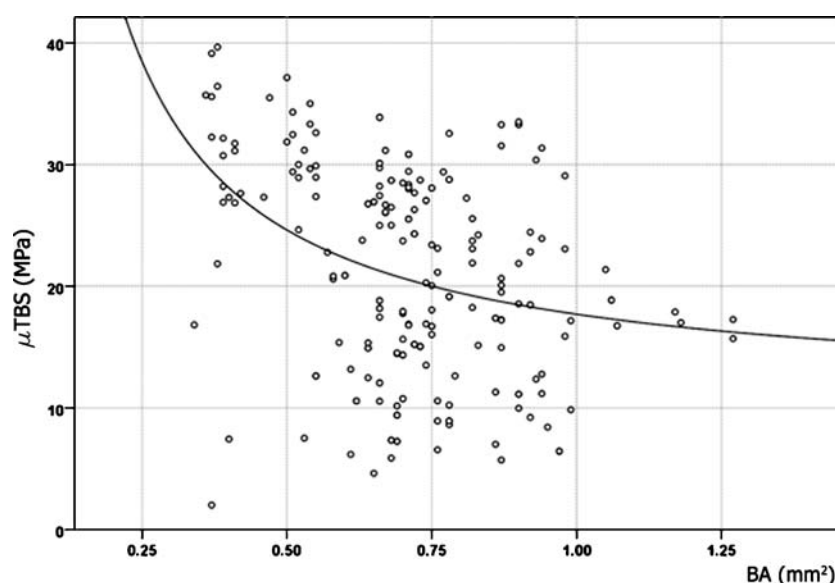
Excess material was removed, and cements were evenly visible–light-cured (800 mW/cm^2 , Optilux 501 KerrHawe SA, Bioggio, Switzerland) with three separate light applications (20 s each) at incisal, central, and gingival locations, in both groups.

After 24 h of storage in a 100% humidity chamber, restored teeth were sectioned perpendicularly to bonded interfaces (3031 CP/N Exakt, Norderstedt, Germany) to obtain rectangular compound (Adoro–cement–dentin) samples (Figs. 1 and 4, a, b) which were glued (SuperGlue 3 gel, Madrid, Spain) to a rigid tensile device and submitted to tension (Hounsfield HTI 500 N, Croydon, UK, 1 mm/min) until adhesive separation from dentine. Debonded areas were measured with a digital caliper (Mitutoyo 500 series, Mitutoyo UK Ltd., England) with a 0.01-mm definition and examined in a stereoscopic microscope ($\times 40$, Leica MZ12, Leica Imaging Systems Ltd., Cambridge, UK) to determine the type of fracture (adhesive, cohesive, or mixed). Only adhesive fractures were submitted to statistical analysis.

Table 1 Materials used in the study

Material	Manufacturer	Composition	Batch
Adoro	Ivoclar Vivadent AG. Bendererstrasse 2. 9494 Schaan (Liechtenstein)	Paste of dimethacrylates, copolymer, SiO_2 , catalysts, stabilizers, and pigments	J11663
Total etch		37% phosphoric acid (gel)	A11254
Excite DSC		Total etch 37% H_3PO_4 adhesive: mixture of dimethacrylates, alcohol, phosphonic acid acrylate, HEMA, SiO_2 , initiators, and stabilizers	B00502
Variolink II translucent		Base and catalyst: dimethacrylates, inorganic fillers (silica, barium glass, ytterbium trifluoride), catalysts and stabilizers, pigments	K00889

Fig. 3 Regression analysis of μ TBS to BA, for all pooled specimens. Relationship between μ TBS and BA is weak ($r^2=0.12$), but statistically significant (ANOVA's $p=1.3E-7$)



Preparation of data

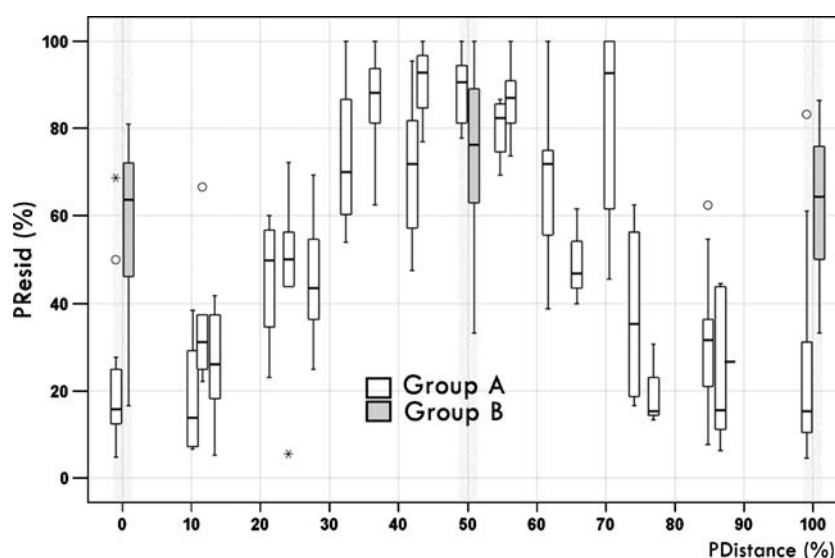
Microtensile test results

The force (N) required to adhesively detach each sample was annotated and transformed to μ TBS (in megapascal) by dividing it into the magnitude of the adhesive surface being tested (BA, in square millimeter). Results confirm the known relationship between BA and μ TBS [36–43], which has been described as not proportional (see Fig. 2). Mean (SD) BAs of valid samples of both A and B groups together were 0.72 (1.18)mm², ranging from 0.34 to 1.27 mm². To preclude the anticipated bias that such differences in BAs among samples would cause on μ TBS results, an inverse regression of μ TBS

to BA of all valid samples (groups A and B together) was calculated (SPSS 15.0, SPSS Inc., Chicago, IL, USA; Fig. 3). Underlying principle is that, if microtensile result variations would have been caused only by BA differences among samples, all data should be exactly situated on the regression line. Actual vertical distances (residues) of each point to regression line must be therefore caused by other factor(s). Principal factor is, in our protocol, the independent variable, i.e., the distance to the gingival end of restoration.

In our study, 18 bovine teeth were used. It is likely that diversities between them existed (age, alimentation, health condition of animal, or other individual dissimilarity) that could cause differences in microtensile results. This study assesses intratooth variations in microtensile results, caused

Fig. 4 PResid values, distributed *per* PDistances and groups. It can be seen how values increase from 0% PDistance to center (Spearman's rho=0.65), and decrease from centre to 100% PDistance (Spearman's rho=-0.61), in group A



by the site of the measure related to an origin (gingival end of restoration). To make results comparable among specimens, normalization was done, consisting in transforming each residue to its percentage value in its specimen (PResid). Maximum value in each specimen was assigned a value of 100, and all other were considered as a fraction of this value. In our hypothesis, 100% values would tend to be around and close to centers of specimens.

Distances of samples to gingival end of luting material

In our study, the independent variable is the distance of each sample to a given location (distance), specifically the gingival extreme of the luting material. The theorized effect on microtensile results is supposed to be distance dependant.

Again, diversities exist between teeth that did cause differences in total length of the layer of luting in group A: two specimens had a length of 10 mm, three of nine and seven of eight. For this reason, to make specimens comparable, distances of samples were transformed to their percentage value within its specimen. Larger distances of samples placed at furthest (incisal) extreme are assigned a value of 100, and all other values of Dist in the same specimen are rated as a percentage of this value into the normalized variable PDistance.

Statistical analysis

Intragroup analysis

Correlation between PResid and PDistance was tested in the first (0% to 50%) and second halves of PDistances (50% to 100%) through Spearman's nonparametric tests.

Intergroup analysis

Mann–Whitney's *U* test was used to compare PResid values between groups A and B for incisal (PDistance=100%), central (PDistance=50%), and gingival (PDistance=0%) locations.

Weibull's analysis

Tensile bond strength tests to dentin of resin-based adhesives show high variability that cannot always be controlled throughout the experiment [44]. In this report, an important part of such variability, caused by fluctuations in specimens size that vary the probability of finding a larger defect that would act as a stress breaker [36], is controlled *via* the adjustment of microtensile test results to bonded area (see above).

However, the most important remaining source of variability is size of defects [44]. Weibull [45] described a function valid to calculate the survival probability (P_s) at any

defect tensile stress (σ), as $P_s = 1 - \exp(-(\sigma/\sigma_0)^m)$, where the dimensionless constant m (shape parameter, slope, or Weibull's modulus) is related to the variability of μ TBS values (actually to the one of PResid values, in this report). The higher m values are, the more predictable is the behavior and a closer grouping of the fracture stress values can be expected.

Constant σ_0 (characteristic tensile bond strength or characteristic stress or scale parameter [46, 47]) is related to the extension of the distribution along the stress axis. It is the fracture stress that we can expect that 63.2% of the samples reach (i.e., at this stress, the probability of failure is $p=0.632$). Higher values of this parameter match with higher dentin bond strength. In our study, stresses at fracture of interfaces are computed as the fractional ranks of distances to the regression line, i.e., PResid *per* specimen, and are given in percentages.

Weibull ++7 software (Reliasoft Corporation, Tucson, AR, USA) was used to find the two parameters m and σ_0 (and their 95% confidence interval (CI)).

Critical failure ($\sigma_{Pf=0.05}$) PResid was also calculated. This will be the PResid at which 5% of the specimens would fail and is a measure of the adhesive performance and of its reliability. In our study, these values are the fractional ranks of residues (PResid), *per* specimen, and are given in percentages.

Results

Numbers of valid and lost specimens are shown in Table 2.

Regression of μ TBS to BA (all samples pooled, Fig. 3) results was: μ TBS = 10.8 + 6.9/BA, with $r^2=0.12$ and analysis of variance (ANOVA's) regression $p = 1.3E-7$.

Figure 4 shows PResid values, distributed *per* PDistances and groups. Table 3 shows Tukey's hinges of PResid values, *per* groups, for the more relevant PDistances (0%, 50%, and 100%).

Intragroup analysis

Spearman's rho nonparametric correlation test results (95% CI) for the first half (0% to 50%) of PDistances in group A was rho=0.65 (0.54 to 0.75), with a significance $p=0.1E-15$, and for the second (50% to 100%) half rho=-0.61 (-0.71 to -0.48), with a significance $p=5.2E-13$. Both correlations were significant.

Intergroup analysis

Results of Mann–Whitney's *U* tests comparing PResid values between groups A and B, for 0%, 50%, and 100% PDistances, showed that differences were statistically

Table 2 Number of samples, *per* groups and PDistances

PDistance	Group A			Group B		
	Valid	Lost		Valid	Lost	
		C	M		T	
Total						
0	13	11		12		12
11.1	4					
12.5	6					
14.3	14					
22.2	4					
25	6					
28.6	14					
33.3	4					
37.5	6					
42.9	14					
44.4	4					
50	6			11	1	12
55.6	4					
57.1	14					
62.5	6					
66.7	3		1			
71.4	14					
75	6					
77.8	3		1			
85.7	14					
87.5	6					
88.9	1	3				
100	14	8	2	12		12
Total	180	22	4	35	1	36

PDistance distance to gingival margin of restoration (in percent), *C* samples lost during cutting, *M* samples lost during manipulation, *T* samples lost during testing

significant for 0% and 100% PDistances ($p=0.0008$ and $p=0.0001$, respectively) but not for 50% ($p=0.15$).

Weibull's analysis

Table 4 shows Weibull's analysis results (Weibull's modulus m , characteristic stress σ_0 , and critical stress $\sigma_{Pf=0.05}$, for

each PDistance having five or more valid values; see Table 2). All parameters decreased from the specimens located in the centers of the restorations (where PDistance=50%) towards gingival or incisal extremes (PDistance=0% or 100%; Fig. 5)

Discussion

Bovine dentin has been accredited as a suitable substitute for human one [48–50]. It was used on purpose in this report because the magnification of the dimensions: to cement restorations up to 10 mm in length on flattened dentin surfaces required labial surfaces of specimens clearly larger than the ones normally found in human teeth. As the hypothesized effect is distance-related, larger specimens magnified the hypothesized effect correspondingly. Whether the level of decreasing in μ TBS found in this report would be the same in clinical circumstances has still to be established.

Height of luting space was kept alike for all specimens by the use of a plastic sheet (20 μ m) used as spacer. Not only did these sheets guarantee a regular height of luting space but also helped to maintain it throughout the curing process: it is likely that the polymerization contraction stress of the luting material would otherwise produce a central bending of the restorative resin block beams towards dentin and reversely of dentin towards resin blocks.

The volumetric contraction of a composite resin, which is normally distributed in three dimensions, is possibly converted into only one direction when the C factor increases (i.e., when the wall-to-wall distance of the luting space decreases). Feilzer et al. [51] explain this by a decrease of the flow capacity parallel to the walls of the resin materials at high C factors (as the ones found in luting spaces) and state that the remaining volumetric contraction left a stress along the bonded surfaces. This stress would be, in our study, responsible for the reduction of μ TBS.

Contraction stress of luting materials possibly has no detrimental effect on the cohesive strength of the composite resin cement [3] because bonding to dentin is immature

Table 3 PResid results

PDistance	Tukey's hinges					
	Group A			Group B		
	25 (Q1)	50 (M)	75 (Q3)	25 (Q1)	50 (M)	75 (Q3)
0	12.5	15.8	25.0	46.1	63.6	72.1
50	81.3	90.6	94.4	62.9	76.2	89.0
100	10.5	15.3	31.3	50.0	64.3	75.9

PDistance distance to gingival margin of restoration (in percent), *Q1* first quartile, *M* second quartile (median), *Q3* third quartile

Table 4 Weibull's analysis results

PDistance	Group A			Group B		
	<i>m</i> (95% CI)	σ_0 (95% CI)	$\sigma_{Pf=0.05}$	<i>m</i> (95% CI)	σ_0 (95% CI)	$\sigma_{Pf=0.05}$
0	1.6 (1.1 to 2.3)	23.9 (16.6 to 34.6)	3.6	2.3 (1.4 to 3.8)	63.9 (48.6 to 84.0)	17.2
12.5	3.1 (1.8 to 5.3)	39.2 (29.1 to 52.8)	14.9			
14.3	1.9 (1.2 to 3.0)	30.0 (22.2 to 40.5)	6.3			
25	1.3 (0.6 to 2.8)	53.9 (26.5 to 109.6)	5.6			
28.6	3.9 (2.6 to 5.8)	49.0 (42.5 to 56.5)	22.8			
37.5	6.7 (3.3 to 13.7)	91.3 (80.1 to 104.0)	58.7			
42.9	5.1 (3.3 to 7.7)	76.03 (68.2 to 84.8)	42.3			
50	11.2 (5.8 to 21.7)	92.8 (86.1 to 100.1)	71.2	3.7 (2.2 to 6.1)	82.4 (69.4 to 97.8)	36.8
57.1	11.8 (7.9 to 17.7)	91.0 (86.8 to 95.4)	70.8			
62.5	3.4 (1.8 to 6.5)	76.7 (59.5 to 99.0)	31.8			
71.4	4.3 (2.7 to 6.9)	90.8 (79.8 to 103.3)	45.4			
75	2.0 (1.0 to 3.9)	42.8 (28.0 to 65.5)	9.8			
85.7	1.9 (1.3 to 3.0)	36.5 (27.3 to 48.7)	7.8			
87.5	1.4 (0.7 to 2.7)	25.4 (13.9 to 46.3)	3.1			
100	1.4 (0.9 to 2.0)	24.7 (16.4 to 37.2)	2.8	4.0 (2.5 to 6.4)	68.8 (59.3 to 79.8)	32.9

Characteristic stress and critical failure stress are PResid values and are given in percentages

PDistance distance to gingival margin of restoration (in percent), *m* (95% CI) Weibull's modulus and 95% confidence interval, σ_0 (95% CI) characteristic stress and 95% confidence interval, $\sigma_{Pf=0.05}$ critical failure stress

before the stress development starts. This may lead to incomplete bonding and sealing of the cementing material, which will cause the effect identified in our study.

The confounding effect of the eventual bending of the restorative beam is apparently in contradiction with our results, first, because the plastic spacer was placed along all peripheries of restorations. Second, in the central position (PDistance=50%) of restorations of both groups, maximum μ TBS is attained, and the greatest Weibull's modulus, characteristic stress, and critical stress are found. Results showing that, in group B, where cement was placed separately in gingival, central, and incisal locations, differences in PResid were not significant between locations (Kruskal–Wallis test $p=0.14$) and that differences (difference of medians is roughly of 50%) were significant between groups A and B for 0% PDistance ($p=0.0008$) and for 100% PDistance ($p=0.0001$) indicate it.

Polymerization could also cause part of our results. All restorations were cured as stated in the “Materials and methods” section: with three light periods (20 s.) at incisal, central and gingival locations. Although it would still be possible that central positions (PDistance=50%) would have received more radiation, the possible effect of this is in contradiction with our results, for the same reasons as indicated above.

Microtensile test results are known to be influenced by BA size of the sample [36–42]. μ TBS of any sample can be

separated in two components: one that can be explained by its BA and one that cannot. Both are identified, in our report, through a nonlinear regression of μ TBS to BA for all samples. ANOVA test would not be an appropriate test because one of its assumptions is that this relationship would be proportional, as in some previous reports [37]. But it has also been described as inverse [40], logarithmic [43], or exponential [38]. Our results are that it is inverse (Fig. 3).

The fraction of the μ TBS tests results that is not explained by BA is called residue in our protocol. If all residues were equal to 0, all results would have been exactly aligned along the regression line, all variations of μ TBS would have been explained by BA differences, and no effect of distance to the center would have been found.

Regression coefficient of this line was very low $r^2=0.12$ while ANOVA's regression probability was highly significant, $p=1.3E-7$. We explain this low regression value because there are two known sources of variation in calculations, apart from the intrinsic biological variability: BA and the effect of distance to the center.

A stronger μ TBS to BA relationship can be noted in Fig. 2 for group B than for A. Samples in group B were obtained from separated portions (gingival, central, incisal) of luting, where no effect of PDistance was expected, while in the B group an effect of the distance to the center was present as the luting material was continuous from incisal to gingival limits.

Standard deviation of microtensile test results of stick samples, as the ones used in this report, is known to be higher than with other ways of sample preparation [52, 53]. In this research, an effect was demonstrated even with a very high standard deviation in PResid results. This important divergence was caused by the intrinsic biological nature of samples and because of the relative low values of PResid, the vertical distances to regression line, for each sample, excluding the μ TBS value that could be explained by BA (the vertical distance of line to zero, at that point).

Residue values were transformed to their percent fraction, for each specimen, into PResid-independent variable. Distance of each sample to gingival outermost of restoration was also transformed to its percent fraction for each specimen, into the PDistance-independent variable. These transformations make interpretation of results more complex but were necessary because in our protocol it was not possible to produce specimens having exactly the same distance. Pertaining to test results, an estimated conventional μ TBS value could have been calculated assuming all samples had a BA=1 mm², thus circumventing the inconvenience of transforming μ TBS results into PResid variable. Such values are not presented in this report because the objective was to assess the existence of the hypothesized effect. In further studies where performance of distinct materials was to be compared, testing of differences in percent decreases could be appropriate. It can be anticipated that material's distinctive characteristics should produce such differences.

Invalid or missing samples appeared principally in extreme (lower or higher, see Table 2) PDistances. Most of them happened during cutting procedure, probably caused by vibrations of the cutting band that distressed

previously weakened interfaces. A small amount of invalid samples was caused by manipulation and occurred also in PDistances separated from the center. These distributions are in accordance with the initial hypothesis: interfaces are less resistant as PDistance increases.

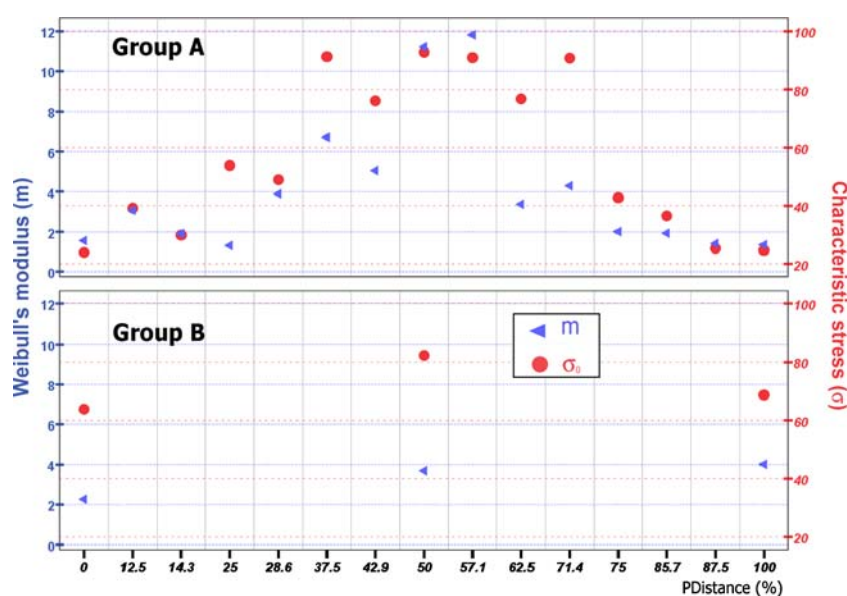
All debonded samples (Table 2) were excluded from analysis. In group A, 22 were prematurely debonded during cutting process and four during manipulation, in total, rendering 180 for tensile testing. In group B, a total of 35 valid samples were analyzed, after one was lost during testing. Our explanation is that centripetal contraction stresses produced an important impairment of bonded interface in some specimens, particularly the ones located in extreme PDistances, in group A.

These samples were not analyzed because otherwise an arbitrary unreal μ TBS value (normally, zero) would have then be assigned to them. They debonded because their mechanical resistance was low but not zero. Real value remained undetermined. In addition, in the event that debonded samples had been included in the analysis, such values would have been considered expected values. Mean—or median—PResid values are different from zero, and extremely low values, the ones that one would expect debonded specimens to have, are different. To exclude them from analysis is to acknowledge that they were exceptional and do not represent their group.

Nonparametric correlation tests showed that at both the first (gingival to centre) and the second (center to incisal) halves, there was a statistically significant correlation between PDistance and PResid. PResid values significantly decreased from the center to the outside edges of restorations.

Significant differences of PResid, between groups A and B, for 0% and 50% PDistances were found. In group B,

Fig. 5 Weibull's analysis results, *per* PDistances. *m*: Weibull's modulus, σ_0 : characteristic stress. Note Y-axis scales: 0 to 12 (*left*, *m* modulus) and 20 to 100 (*right*, σ_0). Modulus and characteristic stresses decrease from the center to extremes in group A and not in group B



where luting was discontinuously placed in gingival (PDistance=0%), central (50%), and incisal (100%) positions, μ TBS values at the extreme boundaries of restorations were higher than the correspondent ones in group A. This excludes local tooth characteristics that would reduce μ TBS values. In central positions, differences were not statistically significant.

Weibull's analysis was performed including only PDistances counting at least five valid PResid values. These distances were evenly distributed and included extreme and central values. Results showed that Weibull's m modulus consistently increased towards the center of specimens (Fig. 5). This modulus is related to predictability of behavior and grouping of PResid results. Same performance showed characteristic stress σ_0 , directly related to tensile bond strength. Results were more inconsistent as measure moved towards outer boundaries. This is a new concept: not only do μ TBS values decrease, but reliability declines when measured apart from the center of the curing mass.

It is difficult to project these results to clinical consequences or establish direct considerations. It has to be taken into account that the restorations used in this study were parallelepiped in shape and had their largest face cemented to dentin.

Although our results reveal that there was a shearing effect of polymerization contraction on μ TBS values, it is difficult to disclose the mechanism. Flow of curing material during its gel phase was greatly restricted by its attaching to restorative and dentin walls, a quite relevant limitation in a 20- μ m luting space. As noted above, curing time for a typical adhesive can be 20 to 30 s [12] or even higher [14, 54]. This confirms the idea that micromechanical attachment of luting to form both restorative and tooth interfaces is undeveloped while stress buildup is probably faster [4–11].

While using the bonded disk method, Watts and Marouf [24] stated that if small specimen diameters are used or if composites are bonded to a compliant restorative material, then the configuration factor (C) is altered, and some lateral contribution to volumetric shrinkage may occur that is not uniaxially measured. Local shrinkage–strain will translate into an observable macroscopic shrinkage–strain unless significant free volume is induced within the material bulk [55]. In this study, no morphological measurements were effected, but such free volume can correspond with the stress relaxation effect of material's centripetal displacement. Although it has been stated that only uniaxial stresses are clinically relevant [26], this report highlights some potentially important effects of nonaxial stresses.

In conclusion, microtensile bond strength of a visible–light-cured composite resin material to bovine dentin and a prepolymerized resin restorative was reduced in proportion to the distance to the center of the luting space. Weibull's analysis showed that predictability of adhesive behavior of

the luting resin and its characteristic bond strength decreased when measure moved from the center to periphery. These differences were not caused by local factors.

Acknowledgements In partial fulfillment of Ph.D. requirements (E Cabrera)

Materials used in this study were kindly provided by Ivoclar/Vivadent Company. The authors declare that they have no conflict of interest.

References

1. Pegoraro TA, da Silva NRFA, Carvalho RM (2007) Cements for use in esthetic dentistry. *Dent Clin North Am* 51(2):453–471
2. Oilo G, Espevik S (1978) Stress/strain behavior of some dental luting cements. *Acta Odontol Scand* 36(1):45–49
3. Davidson CL, van Zeghbroeck L, Feilzer AJ (1991) Destructive stresses in adhesive luting cements. *J Dent Res* 70(5):880–882
4. Braga RR, Ferracane JL, Condon JR (2002) Polymerization contraction stress in dual-cure cements and its effect on interfacial integrity of bonded inlays. *J Dent* 30(7–8):333–340
5. Atai M, Watts DC (2006) A new kinetic model for the photopolymerization shrinkage–strain of dental composites and resin–monomers. *Dent Mater* 22(8):785–791
6. Lee IB, Cho BH, Son HH, Um CM (2005) A new method to measure the polymerization shrinkage kinetics of light cured composites. *J Oral Rehabil* 32(4):304–314
7. Hofmann N, Hugo B, Schubert K, Klaiber B (2000) Comparison between a plasma arc light source and conventional halogen curing units regarding flexural strength, modulus, and hardness of photoactivated resin composites. *Clin Oral Investig* 4(3):140–147
8. Petrovic LM, Atanackovic TM (2008) A model for shrinkage strain in photo polymerization of dental composites. *Dent Mater* 24(4):556–560
9. Watts DC (2005) Reaction kinetics and mechanics in photopolymerised networks. *Dent Mater* 21(1):27–35
10. Cunha LG, Alonso RC, Pfeifer CS, Correr-Sobrinho L, Ferracane JL, Sinhoreti MA (2007) Modulated photoactivation methods: influence on contraction stress, degree of conversion and push–out bond strength of composite restoratives. *J Dent* 35(4):318–324
11. Alster D, Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL (1997) Polymerization contraction stress in thin resin composite layers as a function of layer thickness. *Dent Mater* 13(3):146–150
12. Ye Q, Wang Y, Williams K, Spencer P (2007) Characterization of photopolymerization of dentin adhesives as a function of light source and irradiance. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 80B(2):440–446
13. van Landuyt KL, Snauwaert J, de Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, Coutinho E, Suzuki K, Lambrechts P, van Meerbeek B (2007) Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials* 28(26):3757–3785
14. Breschi L, Cadenaro M, Antonioli F, Sauro S, Biasotto M, Prati C, Tay FR, Di Lenarda R (2007) Polymerization kinetics of dental adhesives cured with LED: correlation between extent of conversion and permeability. *Dent Mater* 23(9):1066–1072
15. Ensaff H, O'Doherty DM, Jacobsen PH (2001) The influence of the restoration–tooth interface in light cured composite restorations: a finite element analysis. *Biomaterials* 22(23):3097–3103
16. Sundaralengar KTR, Alwar RS (1963) Stress distribution in a finite compound bar. *J Appl Math Mech Z Angew Math Mech* 43(6):249–258

17. Kinomoto Y, Torii M (1998) Photoelastic analysis of polymerization contraction stresses in resin composite restorations. *J Dent* 26 (2):165–171
18. Kinomoto Y, Torii M, Takeshige F, Ebisu S (1999) Comparison of polymerization contraction stresses between self- and light-curing composites. *J Dent* 27(5):383–389
19. Katona TR, Winkler MM (1994) Stress analysis of a bulk-filled class V light-cured composite restoration. *J Dent Res* 73(8):1470–1477
20. Laughlin GA, Williams JL, Eick JD (2002) The influence of system compliance and sample geometry on composite polymerization shrinkage stress. *J Biomed Mater Res* 63(5):671–678
21. Hubsch PF, Middleton J, Knox J (2000) A finite element analysis of the stress at the restoration tooth interface, comparing inlays and bulk fillings. *Biomaterials* 21(10):1015–1019
22. Barink M, van der Mark PC, Fennis WM, Kuijs RH, Kreulen CM, Verdonschot N (2003) A three dimensional finite element model of the polymerization process in dental restorations. *Biomaterials* 24(8):1427–1435
23. Witzel MF, Ballester RY, Meira JB, Lima RG, Braga RR (2007) Composite shrinkage stress as a function of specimen dimensions and compliance of the testing system. *Dent Mater* 23(2):204–210
24. Watts DC, Marouf AS (2000) Optimal specimen geometry in bonded-disk shrinkage-strain measurements on light-cured biomaterials. *Dent Mater* 16(6):447–451
25. Witzel M, Braga R, Ballester R, Lima R (2005) Influence of specimen dimensions on nominal polymerization contraction stress of a dental composite. *J Braz Soc Mech Sci Eng* 27(3):283–284
26. Watts DC, Satterthwaite JD (2008) Axial shrinkage-stress depends upon both C-factor and composite mass. *Dent Mater* 24(1):1–8
27. Watts DC, Cash AJ (1991) Determination of polymerization shrinkage kinetics in visible-light cured materials: methods development. *Dent Mater* 7(4):281–287
28. Braga RR, Boaro LC, Kuroe T, Azevedo CL, Singer JM (2006) Influence of cavity dimensions and their derivatives (volume and 'C' factor) on shrinkage stress development and microleakage of composite restorations. *Dent Mater* 22(9):818–823
29. Wang Y, Katsube N, Seghi RR, Rokhlin SI (2007) Statistical failure analysis of adhesive resin cement bonded dental ceramics. *Eng Fract Mech* 74(12):1838–1856
30. Cho BH, Dickens SH, Bae JH, Chang CG, Son HH, Um CM (2002) Effect of interfacial bond quality on the direction of polymerization shrinkage flow in resin composite restorations. *Oper Dent* 27(3):297–304
31. Chuang SF, Chang CH, Su KC, Chen TYF (2007) Polymerization shrinkage of dental composite restorations related to cavity configuration. *J Biomech* 40(Supplement 2):S651
32. Kahler B, Kotousov A, Borkowski K (2006) Effect of material properties on stresses at the restoration-dentin interface of composite restorations during polymerization. *Dent Mater* 22(10):942–947
33. Gilbert JL (2006) Complexity in modeling of residual stresses and strains during polymerization of bone cement: effects of conversion, constraint, heat transfer, and viscoelastic property changes. *J Biomed Mater Res Part A* 79A(4):999–1014
34. Asmussen E, Peutzfeldt A (1999) Direction of shrinkage of light-curing resin composites. *Acta Odontol Scand* 57:310–315
35. Versluis A, Tantbirojn D, Douglas WH (1998) Do dental composites always shrink toward the light? *J Dent Res* 77 (6):1435–1445
36. Griffith AA (1920) The phenomena of rupture and flow in solids. *Philos Trans R Soc Lond* 221:163–198
37. Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ (1998) Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. *Dent Mater* 14(2):120–128
38. Shono Y, Terashita M, Pashley EL, Brewer PD, Pashley DH (1997) Effects of cross-sectional area on resin-enamel tensile bond strength. *Dent Mater* 13(5–6):290–296
39. El Zohairy AA, de Gee AJ, de Jager N, van Ruijven LJ, Feilzer AJ (2004) The Influence of specimen attachment and dimension on microtensile strength. *J Dent Res* 83(5):420–424
40. Escribano NI, Del-Nero MO, de la Macorra JC (2003) Inverse relationship between tensile bond strength and dimensions of bonded area. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 66(1):419–424
41. Lewis G, Janna S (2003) Effect of test specimen cross-sectional shape on the in vitro fatigue life of acrylic bone cement. *Biomaterials* 24(23):4315–4321
42. Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ (1998) The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. *Dent Mater* 14:212–221
43. Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, Pashley DH (1994) Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength—evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater* 10(4):236–240
44. Burrow MF, Thomas D, Swain MV, Tyas MJ (2004) Analysis of tensile bond strengths using Weibull statistics. *Biomaterials* 25 (20):5031–5035
45. Weibull W (1951) A statistical distribution function of wide applicability. *J Appl Mech* 18:293–297
46. McCabe JF, Carrick TE (1986) A statistical approach to the mechanical testing of dental materials. *Dent Mater* 2(4):139–142
47. Anusavice KJ (2003) Informatics systems to assess and apply clinical research on dental restorative materials. *Adv Dent Res* 17 (1):43–48
48. Gilmore RS, Pollack RP, Katz JL (1970) Elastic properties of bovine dentine and enamel. *Arch Oral Biol* 15(8):787–796
49. Camargo MA, Marques MM, de Cara AA (2008) Morphological analysis of human and bovine dentine by scanning electron microscope investigation. *Arch Oral Biol* 53(2):105–108
50. Reis AF, Giannini M, Kavaguchi A, Soares CJ, Line SRP (2004) Comparison of microtensile bond strength to enamel and dentin of human, bovine, and porcine teeth. *J Adhes Dent* 6:117–121
51. Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL (1989) Increased wall-to-wall curing contraction in thin bonded resin layers. *J Dent Res* 68 (1):48–50
52. Ghassemieh E (2008) Evaluation of sources of uncertainties in microtensile bond strength of dental adhesive system for different specimen geometries. *Dent Mater* 24(4):536–547
53. Soares CJ, Soares PV, Santos-Filho PCF, Armstrong SR (2008) Microtensile specimen attachment and shape finite element analysis. *J Dent Res* 87(1):89–93
54. Hashimoto M, de Gee AJ, Feilzer AJ (2008) Polymerization contraction stress in dentin adhesives bonded to dentin and enamel. *Dent Mater* 24(10):1304–1310
55. Silikas N, Al-Kheraif A, Watts DC (2005) Influence of P/L ratio and peroxide/amine concentrations on shrinkage-strain kinetics during setting of PMMA/MMA biomaterial formulations. *Biomaterials* 26(2):197–204

3.4 EL ESTRÉS TANGENCIAL DE COMPONENTE CENTRÍPETO ORIGINADO POR LA CONTRACCIÓN DE POLIMERIZACIÓN COMO CAUSA DE LOS DEFECTOS MARGINALES DE LAS RESTAURACIONES ADHESIVAS DIRECTAS

Título original: Centripetal shearing stresses due to polymerization contraction of composite resins as a cause of defects at the margins of direct bonded restorations.

Aceptado para publicación en *Journal of Adhesive Dentistry*.

Resumen

Anteriormente a este trabajo se ha demostrado que la contracción de polimerización causa una reducción de la microrresistencia adhesiva en grandes restauraciones de resina compuesta, siendo variable su magnitud en relación a la distancia al centro de la restauración. Queda evaluar si este fenómeno ocurre independientemente del modo de curado del material. El objetivo de este estudio fue medir cómo influye la distancia al centro de una reconstrucción directa en la microrresistencia adhesiva con un composite fotopolimerizable y otro de polimerización química, adherido a dentina y polimerizado en un solo incremento en toda la superficie del diente.

Fueron necesarios 40 incisivos bovinos que se dividieron en dos grupos dependiendo del material de restauración utilizado. En todos los casos se pulieron las caras vestibulares de los incisivos hasta obtener una superficie plana de dentina sobre la que adherir el material de restauración tras la aplicación del sistema adhesivo de grabado ácido total según las normas del fabricante. En el primer grupo (n=20), el adhesivo Scotchbond Multipurpose® se utilizó en su versión fotopolimerizable con una resina compuesta del mismo modo de curado (Filtek Z250®). En el subgrupo 1 o grupo experimental (n=5) se reconstruyó toda la cara vestibular en un solo incremento, mientras que en el subgrupo 2 o grupo de control (n=15) se adhirieron pequeños incrementos de material en diferentes zonas del diente sin que se tocaran entre sí, con

el fin de excluir el efecto de la contracción de polimerización. El mismo sistema adhesivo pero en versión autopolimerizable se usó en el segundo grupo (n=20) con un material de reconstrucción de polimerización química (Ti-Core®). El mismo criterio de reconstrucción se siguió en el subgrupo 1 o experimental (n=5), en un incremento que ocupaba toda la superficie vestibular del diente y 2 o control (n=15), en pequeños incrementos independientes. Las barritas resultantes tras los cortes de los especímenes perpendiculares a la interfase se sometieron a tensión en una máquina de ensayo universal hasta su despegamiento. En cada una de ellas se anotó la distancia al centro de la restauración y fue considerada como variable independiente (PDist). Se midió la correlación entre la distancia al centro y el resultado de microrresistencia adhesiva en los grupos experimentales. En los grupos control se comparó la pendiente y la distancia a la línea de regresión de los resultados de microtracción y el área de cada barrita. Para evaluar el efecto de la contracción de polimerización en el grupo experimental y control, se compararon los resultados de microrresistencia adhesiva de los especímenes situados en los márgenes más extremos (correspondientes a la PDist del 10%).

Los resultados demostraron que existe una correlación negativa y estadísticamente significativa entre la microrresistencia adhesiva y la distancia al centro de la restauración en los dos grupos experimentales ($p < 0,0001$ en ambos) pero no en los grupos control ($p > 0,34$ en ambos). La comparación entre la pendiente y las distancias a la línea de regresión entre los grupos experimentales no fue estadísticamente significativa ($p = 0,48$ y $p = 0,44$ respectivamente). La comparación entre los resultados de microrresistencia adhesiva en los especímenes correspondientes a la distancia del 10% al centro en cada grupo de los dos materiales fue estadísticamente significativa.

La significación clínica de este trabajo es muy importante, ya que al realizar una carilla directa o la reconstrucción de un muñón con composite, ya sea foto o autopolimerizable, la microrresistencia adhesiva decrecerá proporcionalmente a la distancia al centro de la restauración si se adhiere el material a la superficie dental en un solo incremento.

Title

Centripetal stresses due to polymerization contraction of composite resins: a probable cause of defects at the margins of large direct resin-bonded restorations.

Short title:

Effects of size of restorations on μ TBS of margins

Authors:

José C. de la Macorra¹ and Elena Cabrera²

¹ Conservative Dentistry Dept., School of dentistry, Complutense University, Madrid, Spain.

This author was responsible of the idea, the hypothesis and the experimental design, contributed substantially to discussion, proofread and edited the final manuscript.

² Stomatology and Human Anatomy and Embryology Department. Health Sciences School. Rey Juan Carlos University. Madrid, Spain.

This author performed the experiments in partial fulfillment of requirements for a PhD degree, wrote the draft, contributed substantially to discussion, and presented the research in international meetings.

Corresponding author:

Prof. José C. de la Macorra

Conservative Dentistry Dept. Faculty of Odontology. Complutense University

Plaza de Ramón y Cajal s/n. 28040 Madrid

(+34) 91 394 1996

SPAIN

macorra@odon.ucm.es

Keywords

polymerization shrinkage, polymerization stress, resin composite, regional bond strength, microtensile testing

Abstract

Polymerization shrinkage has been shown to cause micro-tensile bond strength (μ TBS) reductions in elongated restorations, its importance varying with distances to the centre of the restoration. Remains to be assessed if this also happens in extensive restorations, for visible-light and chemically cured materials.

Objectives

To test whether distance to the mass centre of a buildup made of visible-light or chemically curing composite resin, bonded to dentin and cured in one increment, has an influence on μ TBS reduction.

Methods

In experimental groups, one increment visible-light (Z250) or chemically-cured (TiCore) composite-resins build-ups were bonded to flattened bovine dentin surfaces. In control groups same materials were bonded in separated, circumscribed areas, to minimize the effect of shearing polymerization contraction. Compound composite-interface-dentin specimens were trimmed out of buildups and tested in tension until detachment; their distances to mass centers of their respective build-ups were recorded as the independent variable. Correlation between μ TBS and distances was tested in each group. Slopes and intercepts of regression lines (μ TBS to bonded area) were compared, in experimental groups.

Results

Correlation between μ TBS and distances was negative and statistically significant for both experimental groups ($p < 0.0001$, both), and not for control ones ($p > 0.34$, both).

Significance

In clinical situations such as direct resin veneering or resin core making, where a light or a chemically cured resin composite first layer is bonded and cured on a broad surface, μ TBS of interface decreases proportionally to distance to the mass centre of the restoration.

Introduction

Stress within dental curing composite resins is not a material property, but a local physical state, derived from the combination of material properties, direction and intensity of curing light, spatial distribution of restoration and complementary bonded surfaces, and boundary conditions (1-5).

It has been shown that ultimate tensile bond strength of resin composites bonded to tooth, changes upon regions in the cavity walls (6), due to polymerization shrinkage. In FEA studies a triaxial distribution of stresses, due to polymerization contraction, has been shown. In cases of minimum compliance, intermediate stresses in magnitude were calculated, parallel to bonded interface (7). Similar analyses calculate the appearance of shear stresses, also distance-related (8-11), in the environs of bonded interfaces.

Since its introduction in dental research (12), micro-tensile bond strength (μ TBS) testing has become a routine method for assessing interface's bond strength (7). Some of its advantages are that it can be used to assess and compare different areas of same tooth, and that its results are closer to real adhesive strength, because bonded area (BA) is minimized, hence minimizing the effect of defects in interface (7).

However, it has important limitations: results very much depend on the preparation protocol, either in the form of compound slabs or sticks (13, 14), on the dimensions and shape of BA (7, 15-17), and on the method of fixation of specimens before submitting them to stress (18, 19). In addition, although many readings are acquired in an individual sample –tooth–, they are interrelated and should not be considered as independent measurements (20-22).

One of the most used methods to test μ TBS consists in building up a simulated restoration, bonded to a dentin or enamel's surface previously prepared through flattening or grinding, of an extracted tooth, human or animal. Such exposed surfaces can be very extensive, being the transversal section of a molar, normally at the level of the amelodentinal junction, frequently used (23).

Afterwards, the bonded assembly is sectioned in one or two planes, perpendicularly to the bonded interface, yielding each sample up to 7 slabs (24) or between 8 and 30 compound sticks or bars (22, 23, 25, 26) to be tested.

It has been experimentally shown that interface's μ TBS of elongated composite resin build-ups bonded to an enamel surface and cured in an increment correlates with distance of measurement to the mass centre of the restoration (27). It has been suggested that this correlation may be due to centripetal displacements of the restorative components of the interface (bonding agent, restorative material). This would happen while curing is incomplete and flow towards mass centre of curing restorative material is still possible, thus destabilizing the hybrid layer when it is still immature (27-29).

Resultant of such strain would be the source of the deflection of the disks that is detected with the deflecting disk method of polymerization contraction measurement (3). Such strains have

been experimentally shown (30) and seemingly contribute to produce the marginal defects of some direct and indirect restorations (31-33).

It must be considered that, in many clinical circumstances, a rather considerable resin addition is cured, in one increment, bonded to an extensive dentin area. Examples of this situations can be when a cementation of a ceramic or resin veneer, during a direct composite veneer placement, in the course of the building up of a prosthetic bonded composite resin core, or throughout the endodontic obturation with a plastic resinous material.

Using extensive dentin areas as the bonding substrate, some studies have reported differences in μ TBS among distinct areas of the interface (22, 25, 34-39). Certainly, such differences may be caused by variations in morphology or by the spatial organization of bonding substrate, but the contribution of shearing movements -as the ones cited above- should not be underestimated.

Our hypothesis is that, when a substantial dentin area is bonded at the same time to a composite resin that has to undergo a polymerization process (i.e: that will contract), such polymerization contraction will cause a decline of the quality of the bonded interface's mechanical properties. And this decline will increase as the measure moves away from the mass centre of the curing resin towards the boundary of the bonded interface.

Objective of this research is to assess the existence and magnitude of the cited phenomenon in light and chemically cured restorative materials, bonded to extensive dentin areas. Assessment includes that of control groups, in which the effect can be considered as negligible, as polymerization is accomplished on small resin-bonded build-ups, randomly distributed, to control of possible influence of variations in the adhesive substrate.

Materials and methods

Fourteen sound bovine incisors were collected and used following the guidelines of the Animal Research Committee of the Complutense University, and stored in distilled, pure, water at room temperature for a maximum of a month after extraction.

Preparation of teeth and restorations

Roots were removed ca. 1 mm apical to the cement-enamel junction with a water-cooled diamond saw (3031 CP/N Exakt; Norderstedt, Germany) (Figure 1).

A flat dentin surface was produced on each incisor's crown labial aspect by wet-grinding in a grinder-polisher (Struers A/S Dap-7; Rodøvre, Denmark) with 500-grit SiC paper, to achieve a standard bonding substrate.

Teeth were randomly assigned to any of four experimental groups (Table 1)

In VLC1 and CQ1 groups, two restorative composite resins (Table 1) 2-mm-height build-ups were bonded. In VLC1 it was evenly cured (Optilux 501, Demetron/Kerr Co., Orange, CA, USA, 800 mW/cm²), in one increment, over maximum available dentin surface. Curing tip was placed as close as possible to curing material, avoiding any contact. In CQ1 the composite resin was allowed to cure also in one increment, once both components were adequately mixed.

In VLC2 and CQ2 groups, restorative materials were bonded as in corresponding experimental groups, at randomly selected sites of exposed dentin, in (aprox.) 2x2x2-mm build-ups (up to seven *per* restorations). All measures were taken to avoid contact between build-ups. Such sites were drawn from a mesh that was superimposed on the exposed dentin area.

In all groups, buildups were prepared at least 0.5 mm short of surrounding enamel, to guarantee that bonding was restricted to dentin.

All restored teeth were stored for 24 hs. in a 100% humidity chamber until sectioning

Specimens preparation and μ TBS assessment

Restored teeth were sectioned (3031 CP/N Exakt; Norderstedt, Germany) perpendicular to bonded interface, in two planes, to produce rectangular compound composite resin-dentin specimens. Their bonded areas (BAs, in mm²) were measured with a digital caliper (Mitutoyo SPC, Mitutoyo Corp., Tokyo, Japan), with 0.01mm resolution.

Specimens were glued (Superglue 3, Loctite, Madrid, Spain) to a rigid tensile test device and submitted to tension (Hounsfield HTI 500N, Croydon, UK) until adhesive detachment, at a crosshead speed of 1 mm/min.

Once tested, debonded areas were analyzed (40x) in a stereoscopic microscope (Leica MZ12, Leica Imaging Systems Ltd., Cambridge, UK) to determine the type of fracture (adhesive, cohesive or mixed). Only adhesively debonded specimens were included in analysis. μ TBS (MPa) was calculated.

Adjusting μ TBS results to individual BA and maximum μ TBS magnitudes of each restored tooth: PTens variable.

One of the advantages of the microtensile test is that minimizes and allows controlling the influence of BA extent on the results of tests (12). It has been shown that BA variations produce differences in μ TBS results. Interrelationship between BA and μ TBS has been described as following logarithmic (12), linear (40), inverse (41) or exponential (42) distributions.

Specimens in our protocol were not manipulated further after sectioning and there were no additional refinements of BA: they were rectangular in shape, directly obtained by trimming. In our setup BA's mean (sd) was 0.78 (0.29) mm². These fluctuations made advisable to adjust μ TBS to BA using which it was assessed.

For this, a μ TBS (in MPa) to BA (in mm²) regression curve of results of all valid specimens (pooled experimental and control groups) was calculated using LSD (least squares differences) method (SPSS 19, SPSS Inc., Chicago IL, USA). Foundation of this was that, if μ TBS results of all specimens had been determined by BA alone (with no influence of their individual distances to the mass centre of its tooth), all of them would then have been exactly aligned on this regression line. In our data, this was far from happening.

We considered divergences of actual μ TBS values to regression line in μ TBS axis (*residuals*, in MPa) to be caused by other factor(s) than BA. In this study, such residuals are considered the outcome, as they were hypothetically related to the distance of specimens to the mass centre of the restoration where they come from.

Additionally, it may had also happened that μ TBS assessment of any of the bovine teeth used in this research resulted in consistently higher (or lower) values because of some unidentified specific characteristic, as (micro)structure, calcification or age. As our study deals with variations in residuals, within each tooth, caused by the independent variable (distance to the centre of the mass), only increases or decreases of bond strength, relative to same tooth, are to be considered.

Therefore, residuals were transformed to fractional ranks (in %) within each restored tooth, into the dependent variable PTens, with the formula $PTens = 100 \cdot R / MaxR$, where R is the residual for that case, and MaxR the maximum residual for that restored tooth.

Percentage distance (PDist): adjusting of distances of specimens to the centers of its restorations, to maximum distances

In VLC1 and CQ1 groups, distance of each specimen to the mass centre of its restoration was straightforwardly recorded from the trimmed restorations, as the horizontal distance of the centre of each specimen, along its major axis, to the mass centre of its restoration.

In VLC2 and CQ2 groups, specimens were trimmed out from separated composite resin build-ups, prepared at randomly selected positions: there was not a real mass centre. Distances of specimens were assigned as the distance of their centers to mean theoretical mass centre of restorations in these groups, as if all restorations would had the same extension as the mean extension and profile of those in VLC1 and CQ1 groups.

Exposed dentin areas of all teeth had different extents. For this, resin build-ups in VLC1 and QC1 groups and theorized restorations of VLC2 and CQ2 groups had diverse sizes and resulted in different number of specimens when sectioned.

The hypothesized effect is assumed to be distance-related; therefore, distances of each specimen to the mass centre (or theoretical mass centre, in control groups) of its restoration were transformed to fractional ranks (in %), into the independent variable PDist, with the formula: $PDist = 100 \cdot D / MaxD$, where D is distance of the centre of the specimen to the mass centre of the restoration, and MaxD the maximum distance of the corresponding restoration.

Assessment of the effect and comparison between groups

To assess if there was a correlation between PDist and PTens, Pearson's correlation test r coefficient of correlation, and its 95% confidence interval (CI), was calculated for each group.

To compare the level of the effect between VLC1 and CQ1 groups, *per* type of polymerization (VLC1: visible-light, CQ1: chemically cured), a comparison of intercepts and slopes of the regression lines was done (Statgraphis+ 5.0, Statistical Graphics Co., Warrenton VA, USA).

To compare the level of the effect between experimental and control groups, at the outermost margins of restorations, a Mann-Whitney U nonparametric test was done between PTens values of the 10% higher PDist of each group.

Study of the relationship between distances and the proportions of pre-test failures (PTF) of specimens

If the theorized effect was present, a relationship between the amounts of pre-test failures (PTFs), produced during their cutting or preparation, and PDist, could be expected. PTFs of specimens with their μ TBS reduced in any way by high levels of the hypothesized effect (at the outermost of restorations) would be expected to show up at higher proportions than those that have been exposed to lower levels of the effect (i.e.: those produced near the mass center of the restoration).

To check this we only included PTFs with a known reason to failure, which could be logically assigned to decreased interface's TBS: only PTFs produced during sectioning or preparation.

To assess if there is an association between PTF proportions and PDist, the Mantel-Haenszel test for linear-by-linear association between proportions was used. Due to requirements of the test, PDist independent variable was categorized in 5 categories (0-20%, 21-40%, 41-60%, 61-80%, 81-100%). PTF proportions in each category were compared.

Results

Number of specimens

Numbers of valid and non-valid specimens are shown in Table 2. For convenience, they are distributed *per* groups and categorized PDist.

μTBS and Distances. Transformation to PTens and PDist variables

BA's mean was 0.78 mm² (sd = 0.29). Regression of μTBS test results of all valid specimens, all groups pooled, to their BA values was found to be logarithmic (Figure 1), following $\mu\text{TBS} = 21.8 - 16.3 \cdot \ln(\text{BA})$ equation (μTBS in MPa, BA in mm²). ANOVA's significance of regression $p < 0.0001$, ($r^2 = 0.26$).

Separations, in the ordinate axis, of each actual specimen's μTBS value to common regression line (residuals, in MPa) were transformed to fractional ranks (in %) within each restored tooth, into the dependent variable PTens. Their distributions are shown in Figure 2.

In total, 775 specimens were produced (Table 2). Distances of each valid specimen to the mass centre (or theoretical mass centre) of its restoration were transformed to fractional ranks (in %) as mentioned in previous section, to PDist independent variable.

Assessment of the effect and comparison between groups

Pearson's correlation test r coefficient of correlation (95% CI) results are shown in Table 3. Correlation between PTens and PDist was statistically significant in experimental groups (VLC1 and CQ1, $p < 0.0001$ in both). This correlation was negative: higher PDist values correlated with lower PTens ones, as hypothesized (Figure 3).

In control groups (VLC2 and CQ2) this correlation was also negative, but not statistically significant ($p = 0.99$ and 0.34 respectively, Table 3). Signification is also shown through Pearson's r 95% CI intervals: in VLC1 and CQ1 groups they don't overlap zero values. In VLC2 and CQ2 groups they do.

Comparison of intercepts and of slopes of the regression lines (Table 3 and Figure 3) for VLC1 and CQ1 groups were not significant (for the intercepts, $p = 0.48$ and for the slopes, $p = 0.44$). Between experimental groups, differences of PTens values were not statistically significant at the centers of restorations, when PDist=0 (intercepts). For these groups, decline of PTens values followed the same outline (slopes) when distances to the mass centers of restorations increased.

Mann-Whitney U test results comparing PTens values of the 10% higher PDist of each group, *per* materials, were, for visible-light cured material: $p = 0.004$, and for chemically cured materials, $p = 0.012$. Decreases in PTens values were significant for both light-cured and chemically cured materials, if restorations were placed and cured in one increment (experimental groups), when compared to when the hypothesized effect was not present (control groups), for the same type of polymerization.

Study of the relationship between the distances and PTF proportions

Numbers of PTF and of valid specimens are shown in Table 2. To test if PTF / Valid proportions increased when PDist increased, Mantel-Haenszel linear-by-linear test was used. Its results are

shown in Table 3. Proportions of PTF specimens linearly increased with categorized PDist in experimental groups. This increase was statistically significant ($p < 0.0001$ for both groups). In control groups, proportions did not follow the same pattern: in VLC2, group significance probability was $p = 0.67$, and in CQ2 group $p = 0.3$.

Discussion

A hypothesized centripetal shearing effect of polymerization contraction of curing composite resins was tested in this study. This effect would cause a decrease of μ TBS that would be maximum at outer limits of restoration and minimum in its centers.

Bovine incisors were used because their dentine has proven similar to human for microtensile testing (43-51). It has been widely used for the analysis of polymerization contraction stresses (8, 27, 50, 52-58) and μ TBS testing (27, 59-61). In addition, larger areas of exposed dentin, as the ones that could be obtained from these teeth, allowed for a magnification of the hypothesized effect.

Experimental (VLC1 and CQ1 groups) had five tooth each, in contrast with control CQ1 and CQ2 groups, where fifteen were used. This difference was on purpose: in control groups fewer specimens were obtained *per* tooth (between four and seven), as they were trimmed from separate build-ups.

In visible-light (VLC1 and VLC2) and chemically cured groups (CQ1 and CQ2), two different materials were used (visible-light and chemically cured), corresponding to two different clinical situations, to allow comparison in outcomes due to type of polymerization.

A relationship has been described between E modulus of materials, polymerization contraction stress and μ TBS (62, 63). Despite the important differences in E of materials used in this study (11.5 GPa for Z250 (64), 6.1 GPa for TiCore (65)), differences neither in intercept nor in slopes of their regression curves (PTens to PDist, Figure 3) were statistically significant. In this research, the theorized effect was present but E modulus of materials apparently did not produce noticeable differences.

Both materials were bonded using different bonding systems (Scotchbond 1 XT for VLC1 and VLC2, Adper Scotchbond MP for CQ1 and CQ2, Table 1). In the former a visible-light cured material was needed, in the last a chemically cured one. To test if this caused differences in μ TBS between chemically and visible-light cured materials, Mann-Whitney test was run comparing PTens ranks (to exclude bias due to BAs differences) between VLC1 and CQ1 materials placed in central positions (PDist equal or lower than 50%, to select specimens placed in similar dentine). With these restrictions means(sd) for both groups, were for VLC1 = 69.6(23.2) MPa and for CQ1 = 73.1(22.4) MPa, with 100 and 78 specimens, respectively. Test result was that ranks for both materials were statistically not different ($p = 0.29$): apparently, differences in adhesives didn't cause statistically significant differences between PTens of experimental materials.

BA differences among specimens were not balanced after production: they were not refined or in any way modified after trimming. To prevent bias that such differences would have produced, μ TBS results (in MPa) were transformed to residuals to the BA/ μ TBS regression line. Later, PTens dependent variable was calculated by means of a percentage rank transformation. In this way, all specimens (of all BAs) of all teeth (of all extent of bonded dentin) were comparable.

This method of balancing the influence of BA on μ TBS has undesirable consequences: direct clinical interpretation of μ TBS results, by themselves, is not possible. However, although the interpretation of its relationship to PDist is not complicated: the higher the distance to the centre of the restoration, the lower the μ TBS value, to make results comparable to other reports, μ TBS values are given (Table 4) for those specimens placed in central positions (PDist lower or equal to 50%), having BA between 0.9 and 1.1 mm². Comparable reported values, for one of the adhesives used (Adper ScotchBond 1 XT) were 35.6(4.2) MPa, using a BA range from 0.73 to 0.78 mm² (25). A review of μ TBS results using different test methods reports 36.1 (10.4) MPa (66), but no information is given of BA size used. Yet another studies report 40.11(15.68) MPa using 0.42 mm² BAs, (26), and 48.4(8) MPa (67) or 49.6(13.9) MPa (22) using BA of 0.8 mm².

For the other adhesive used (Adper ScotchBond MP) 3.9(1.3) MPa, using BA = 25 mm², 36.01(8.4) MPa, using BAs of 1.08 mm² (66) or 20.01 using BAs Of 1.1 mm² (67), or a median μ TBS result of 52.7 MPa using BAs of 2.25 mm² (68) are reported.

Pearson's coefficient regression of μ TBS results to BA of all pooled, valid, specimens was significant ($p < 0.0001$) although the relation was weak ($r^2 = 0.26$) (Figure 2). Reasons for this low value could be intrinsic variability and because two magnitudes, BA and the dependent variable PDist, both lie beneath analysis and the regression was calculated only for BA. As an example, regression was calculated for each group, separately. Pearson's r^2 coefficients were different (VLC1 = 0.09, CQ2 = 0.1, VLC2 = 0.4, CQ2 = 0.3). It can be seen that, if adjusting of μ TBS to BA is calculated independently for control groups, where the theorized effect t is not present (VLC2 and CQ2), coefficients are at least three times higher than in experimental ones (VLC1 and CQ1, in which it is supposed to be present).

Yet another consequence of this transformation is a relative augment of variation in results. Relation between PTens and PDist, *per* materials, present important dispersions of PTens data (Figure 3). Such variability is probably increased by transformation of μ TBS values to PTens variable. This transformation into percentages causes maximum μ TBS value of each tooth to transform in 100% PTens, and the other μ TBS values, to correlate. As a result, high dispersion of PTens values is granted. However, correlation is strong enough in experimental groups to be statistically significant.

In addition, transformation of distance of specimens to mass centre of their restorations to PDist was required. Distances of centre of specimens to mass centre of restoration were transformed to fractional ranks, and given in percentages, into the independent variable PDist. Exposed dentin surfaces were dissimilar in size, thus allowing for the construction of build-ups having different total bonded areas. All efforts were made to produce 2 mm-high ones in all cases.

For this reason, two theoretical specimens having the same absolute distances to mass centers of their restorations would have been considered identical, but the extent of the hypothesized effect would have been different. It would depend not only on the distance to the mass centre (the same for both), but also on the amount of material that may have exerted an opposing effect: the parts of the restorations that are located between each specimen and the external margins of correspondent restorations, measured along both lines passing through mass centers and specimen's centers. It has also to be considered that peripheral specimens, not having a

rectangular BA shape when trimmed, were discarded. In this way, specimens accounted as extremes were really not placed in the outermost positions in their restorations.

Each restoration produced several specimens. Interrelationship of various measurements from one sample (tooth) is a concern (20-22), only if they are considered independent. This is not the case: in this study the effect that specimen's distance to its mass centre may have on its μ TBS results was assessed. This effect is particularized for each specimen, since dependent and independent variables (PTens and PDist) are transformed to percentage values within their restorations.

Analysis of the relationship between PDist and the PTF proportions of specimens has been reported previously (25), and yields a supporting evidence of correlation. If Mantel-Haenszel test is found significant, as is the case for experimental groups, the interpretation is that increases in one variable (PTF proportions) are associated with constant increases (or decreases) in the other (categorized PDist), greater than would be expected by chance of random sampling. PTF proportions with respect to valid specimens significantly increase when approaching to restoration boundaries, in experimental groups (Figure 4, Table 2). Decreasing of PTens and increasing of PTFs when approaching to restoration boundaries could be also an effect of differences in substrate. In the center of the restorations higher μ TBS is to be expected, because exposed dentin's disposition at those locations is more favorable for adhesion (22, 34, 36, 46, 69-71). Hence, a decrease of μ TBS is measured in the outer part of exposed dentin surfaces.

However, our results showed that correlation of PTens and PDist is negative but not significant in control groups: Pearson's r in VLC2 group is -0.001 ($p = 0.99$), and in CQ2 group is -0.09 ($p = 0.34$). Both experimental groups (VLC1 and CQ1) showed also a negative, but significant correlation (Pearson's coefficients were 0.59 and 0.66, both having $p < 0.0001$).

PTF's behavior was similar (Figure 4). Mantel-Haenszel's test results showed that, for experimental groups, PTF's proportions significantly (for both, $p < 0.0001$) increased with PDist. This did not happen for control groups ($p = 0.67$ and 0.3 , respectively)(Table 3Table 3. Results of statistical analyses.). This supports also the idea that centripetal stresses due to polymerization contraction of composite resins are a probable cause of defects at the margins of large direct resin-bonded restorations.

Pre-test failures were not included in analysis. From our hypothesis, shearing stresses towards mass centers dislocated the immature interface, causing PTF in proportions that increased toward outer bonds. We excluded them because assigning them a zero value would have been unreal: most likely the specimens debonded because their resistance was very low, but not zero, and because including such extremely low values would imply that they were expected values, which would have been also inaccurate. As mentioned above, some studies have reported differences in μ TBS results between central and peripheral measurements, when measured on extensive dentin areas, but results are inconclusive (22, 23, 25, 26, 34-39, 72, 73). Possible reasons for this, other than local differences in dentin, can be that BAs were not controlled in these reports, that an enamel band in the periphery of the dentin bonding area was allowed, which would produce a counteracting effect, that few specimens were produced, and probably

most important, that relationship between distance and μ TBS has not been yet systematically searched.

Clinical relevance

Composite resin reconstructions of extended areas, such as direct resin veneers or core buildups, if accomplished in one layer extending to the whole area to be bonded, will experience a shear centripetal stress which will decrease bond strength in the periphery.

Acknowledgements

This research was supported by the Dept. of Conservative Dentistry, Complutense University.

Part of a thesis to be submitted in partial fulfillment of the requirements for the PhD degree of Mrs. Cabrera.

Partially presented as an oral communication to the IADR meeting at Barcelona, Spain. June 2010.

Tables

Table 1. Groups				
Polymerization	Visible light		Chemically cured	
Group	VLC1 ^e	VLC2 ^c	CQ1 ^e	CQ2 ^c
n of teeth	5	15	5	15
Restorative	Filtek Z250, 3M-ESPE Co, St. Paul, MN, USA. Batch # 20030414		Ti-Core, Essential Dental Systems, Inc., Hackensack, NJ, USA. Batch # 071107	
Adhesive	Adper Scotchbond 1 XT, 3M-ESPE Co, St. Paul, MN, USA. Batch # 174213 (Single Bond in USA)		Adper Scotchbond MP, 3M-ESPE Co, St. Paul, MN, USA. Activator Adper Scotchbond 1.5 batch # 20080627. Primer Adper Scotchbond 2, batch # 20080806. Adper Scotchbond 3 batch # 20080806 admixed with Catalizer Adper Scotchbond 3,5 batch # 20080716.	
^e : experimental, ^c : control				

Table 2. Number of specimens *per* categorized PDists. For PTF, the reasons for the failure are shown.

Group			Valid	PTF				Total
				S	P	Ch	U	
VLC1	Categorized PDist	1	57		7			64
		2	58	2	6			66
		3	56	2	9			67
		4	45	4	16			65
		5	36	9	20			65
	Total		252	17	58			327
QC1	Categorized PDist	1	44					44
		2	44	1	2			47
		3	39	3	2			44
		4	43	4				47
		5	31	11	3			45
	Total		201	19	7			227
VLC2	Categorized PDist	1	13					13
		2	23		2			25
		3	21	2		1		24
		4	20	1	1			22
		5	18		1			19
	Total		95	3	4	1		103
QC2	Categorized PDist	1	16					16
		2	28				1	29
		3	26					26
		4	23	2		1	1	27
		5	19			1		20
	Total		112	2		2	2	118
PTF: pre-test failures, S: sectioning, P: preparation, Ch: cohesive fracture, U: unknown.								

Table 3. Results of statistical analyses.						
Group	Correlation PTens to PDist			Regression PTens to PDist		Mantel-Haenszel test's significance (p) of PTF proportions
	Pearson's r		Significance of correlation (p)	Intercept	Slope	
VLC1	-0.59		< 0.0001*	92.9	-0.76	< 0.0001*
CQ1	-0.66		< 0.0001*	98.5	-0.83	< 0.0001*
VLC2	-0.001		0.99	-	-	0.67
CQ2	-0.09		0.34	-	-	0.3
*: statistically significant						

Table 4. μ TBS values (MPa), for specimens in central positions (PDist lower or equal to 50%), with BA between 0.9 and 1.1 mm ²				
Adhesive	Group	n	m	sd
Adper SB 1 XT	VLC1	4	31.7	2.4
	VLC2	17	21.5	1.7
Adper Scotchbond MP	QC1	24	25.2	2
	QC2	13	26	1.4
n : number of cases, m : mean, sd : standard deviation				

Figures

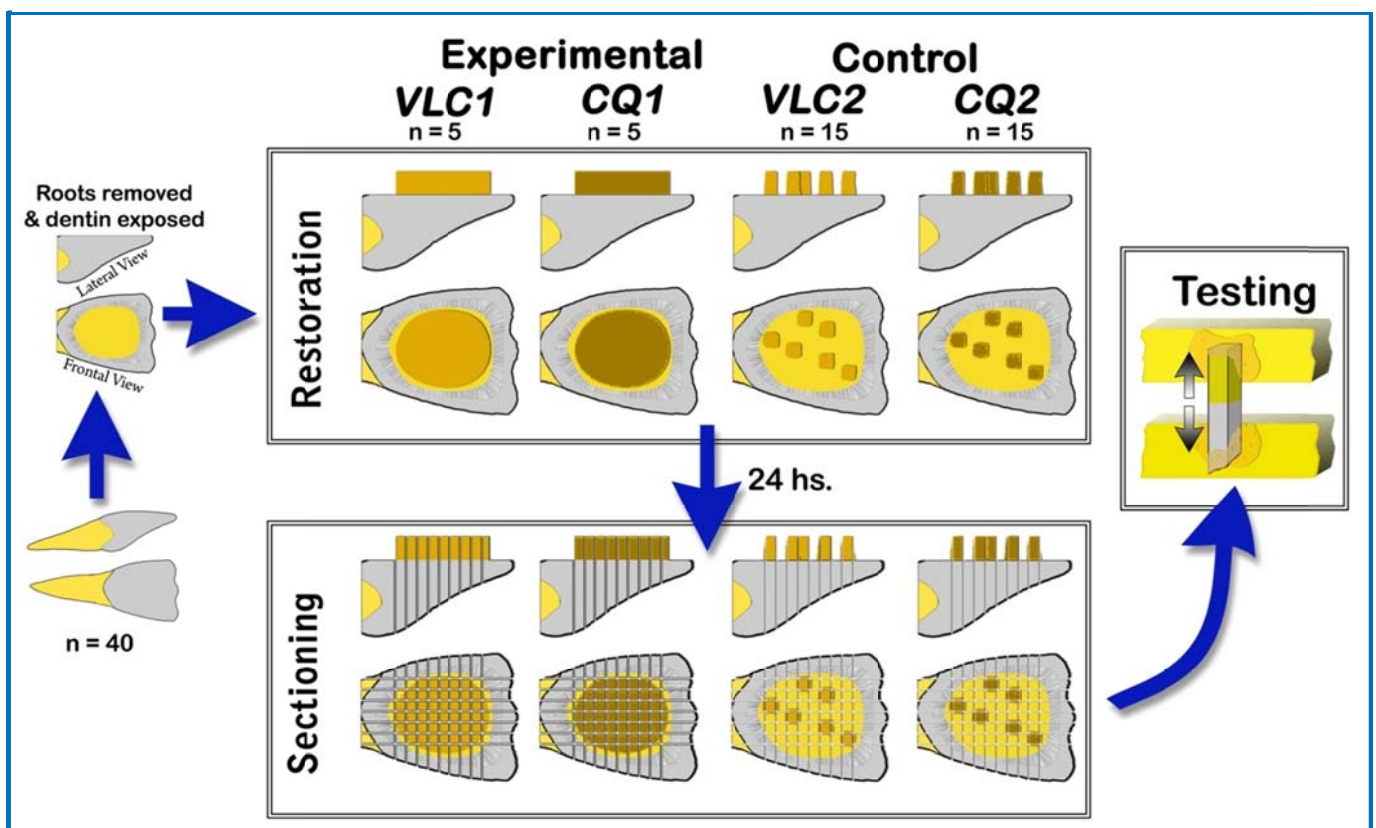


Figure 2

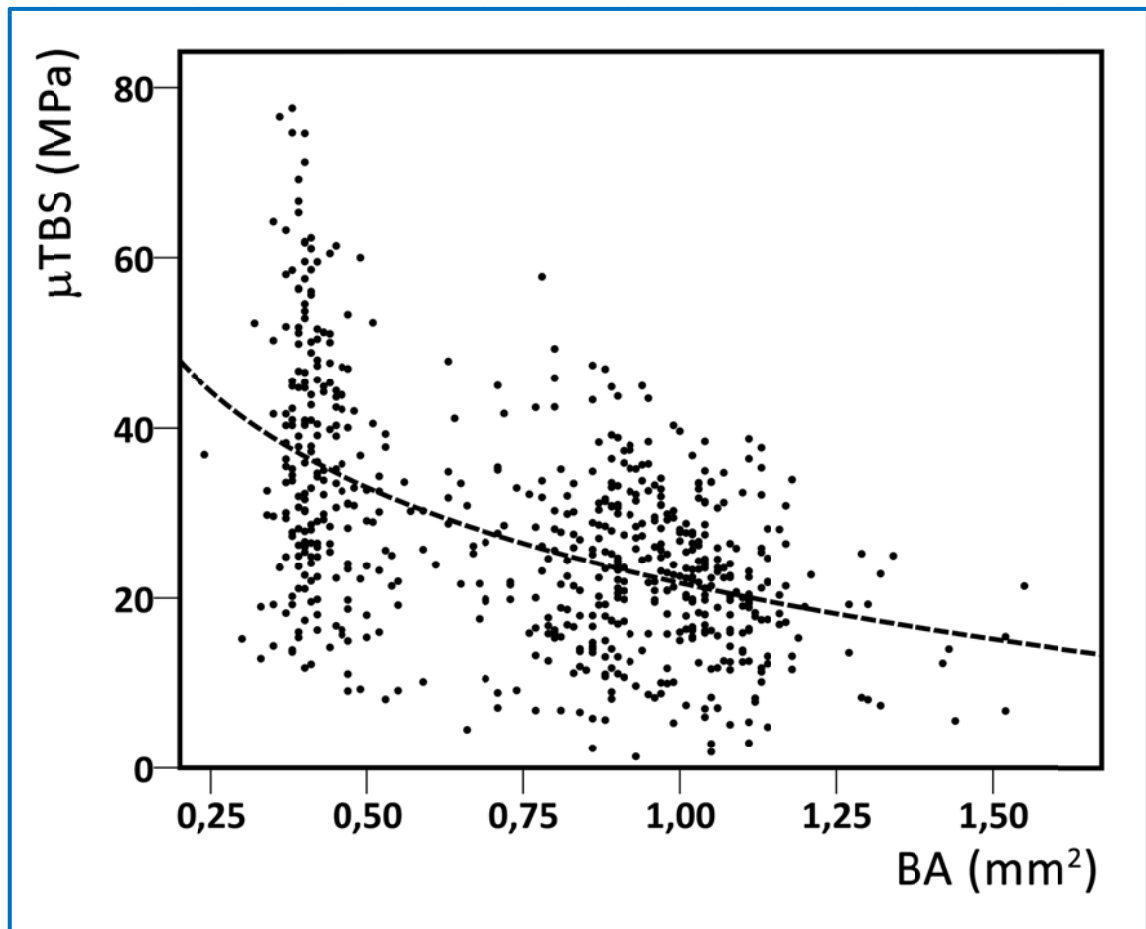


Figure 3

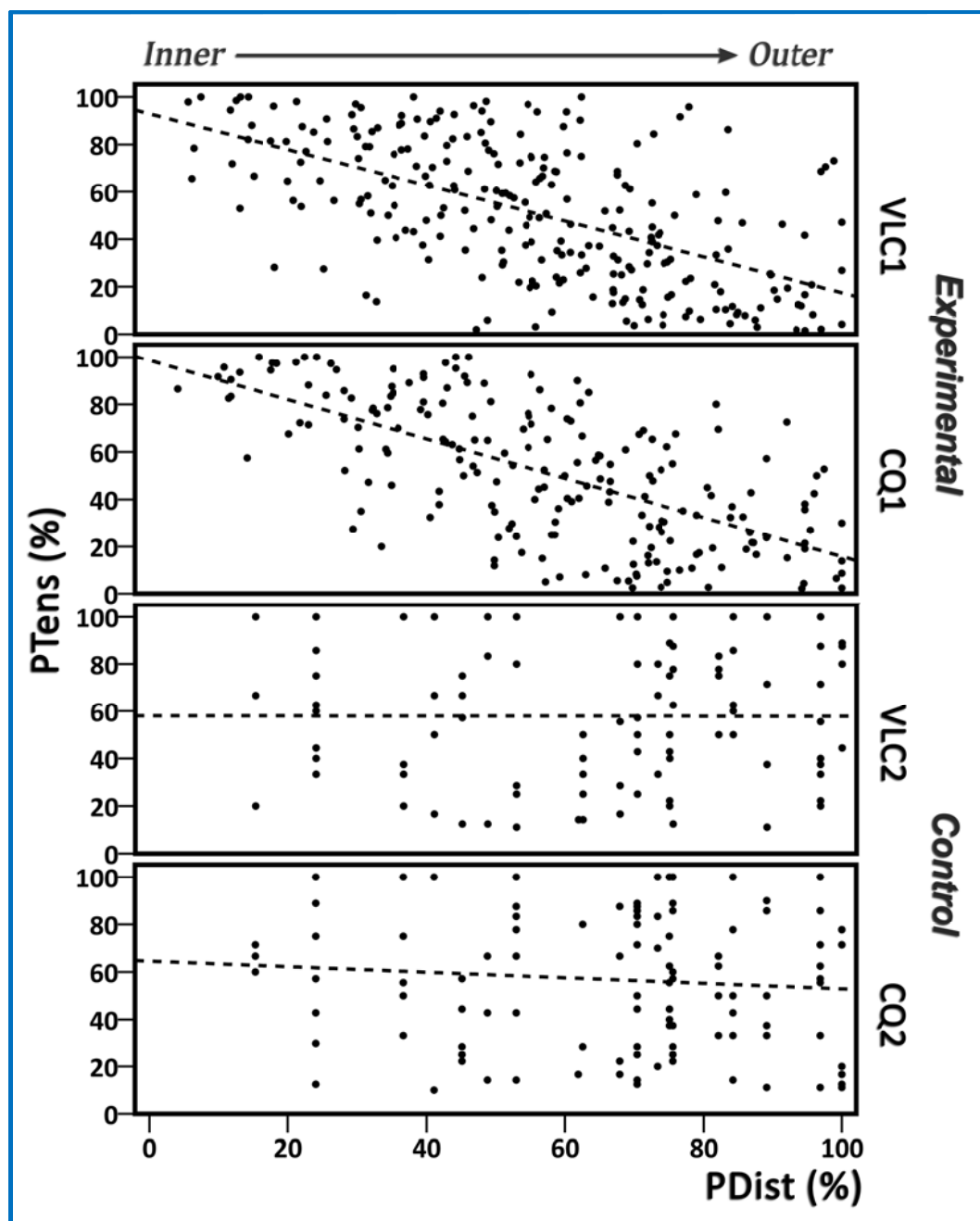
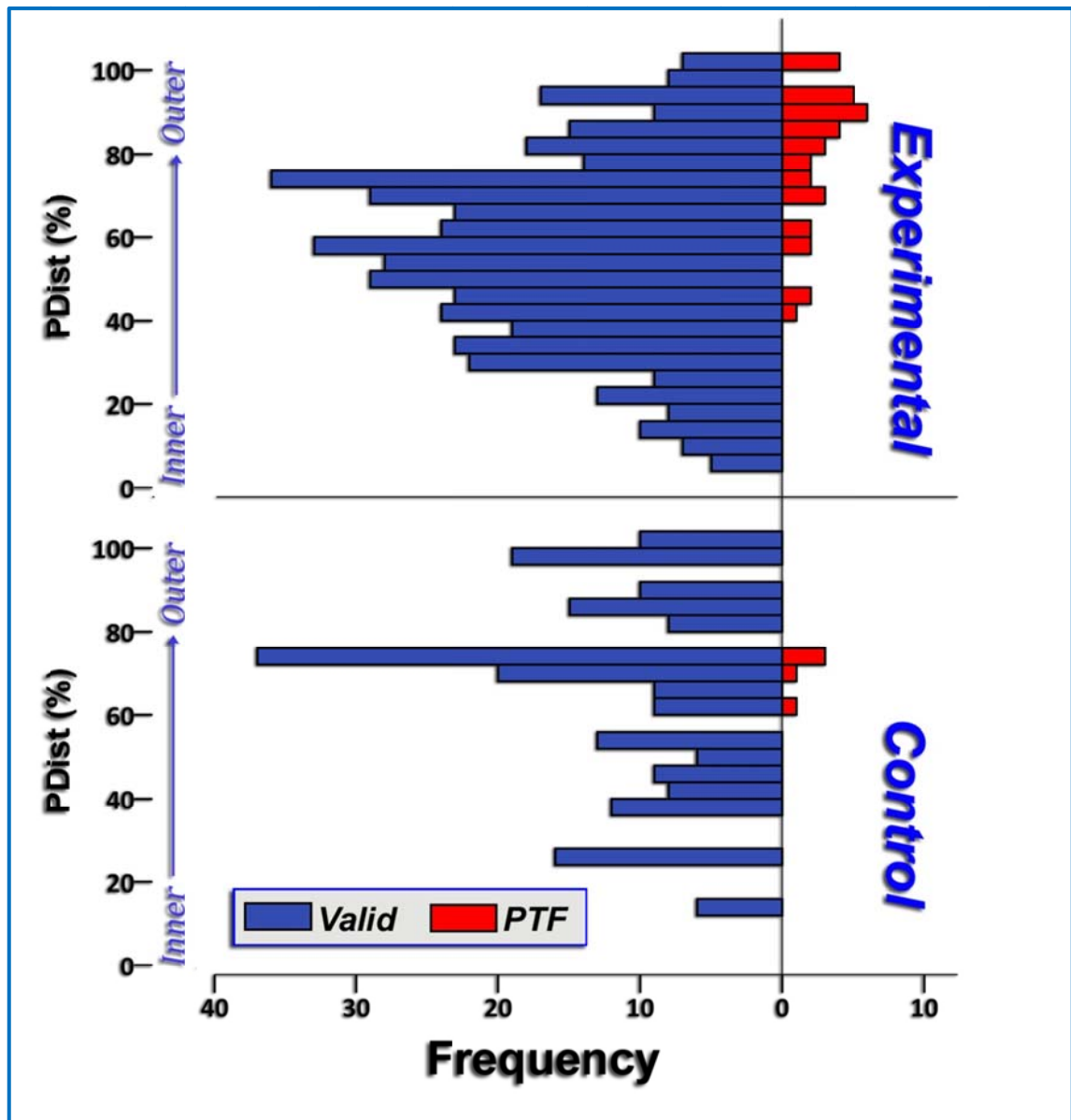


Figure 4



Captions to figures

Figure 1

Preparation of teeth, restoration, sectioning and testing of specimens.

Figure 2

Regression of μ TBS (MPa) test results to BA (mm^2) of all pooled valid specimens. Logarithmic regression line formula: $\mu\text{TBS} = 21.8 - 16.3 \cdot \ln(\text{BA})$.

Figure 3

Fractional ranks of residuals to regression line in Figure 1 (PTens dependent variable, in %) plotted against distances of each specimen to the mass centre (or theoretical mass centre) of its specimen, transformed to fractional ranks within their restoration (PDist independent variable, in %), *per groups*.

Figure 4

Distribution of frequencies of valid specimens and pretest failures (PTF) along categorized PDist variable, *per groups*.

References

1. Cho BH, Dickens SH, Bae JH, Chang CG, Son HH, Um CM. Effect of interfacial bond quality on the direction of polymerization shrinkage flow in resin composite restorations. *Op Dent* 2002;27:297-304.
2. Kahler B, Kotousov A, Borkowski K. Effect of material properties on stresses at the restoration-dentin interface of composite restorations during polymerization. *Dent Mater* 2006;22:942-947.
3. Watts DC, Cash AJ. Determination of polymerization shrinkage kinetics in visible-light-cured materials: methods development. *Dent Mater* 1991;7:281-287.
4. Asmussen E, Peutzfeldt A. Direction of shrinkage of light-curing resin composites. *Acta Odontol Scand* 1999;57:310-315.
5. Simon Y, Mortier E, Dahoun A, Gerdolle D. Video-controlled characterization of polymerization shrinkage in light-cured dental composites. *Polymer Testing* 2008;27:717-721.
6. Nayif M, Nakajima M, Aksornmuang J, Ikeda M, Tagami J. Effect of adhesion to cavity walls on the mechanical properties of resin composites. *Dent Mater* 2008;24:83-89.
7. Armstrong S, Geraldeli S, Maia R, Raposo LHA, Soares CJ, Yamagawa J. Adhesion to tooth structure: A critical review of "micro" bond strength test methods. *Dent Mater* 2010;26:e50-e62.
8. Kinomoto Y, Torii M. Photoelastic analysis of polymerization contraction stresses in resin composite restorations. *J Dent* 1998;26:165-171.
9. Barink M, van der Mark PC, Fennis WM, Kuijs RH, Kreulen CM, Verdonschot N. A three-dimensional finite element model of the polymerization process in dental restorations. *Biomater* 2003;24:1427-1435.

10. Hubsch PF, Middleton J, Knox J. A finite element analysis of the stress at the restoration-tooth interface, comparing inlays and bulk fillings. *Biomater* 2000;21:1015-1019.
11. Goncalves F, Pfeifer CSC, Meira JBC, Ballester RY, Lima RG, Braga RR. Polymerization stress of resin composites as a function of system compliance. *Dent Mater* 2008;24:645-652.
12. Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength -- Evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater* 1994;10:236-240.
13. Sadek FT, Cury AH, Monticelli F, Ferrari M, Capel Cardoso PE. The influence of the cutting speed on bond strength and integrity of microtensile specimens. *Dent Mater* 2005;21:1144-1149.
14. Goracci C, Sadek FT, Monticelli F, Cardoso PEC, Ferrari M. Influence of substrate, shape, and thickness on microtensile specimens' structural integrity and their measured bond strengths. *Dent Mater* 2004;20:643-654.
15. Poitevin A, de Munck J, van Landuyt K, Coutinho E, Peumans M, Lambrechts P, et al. Critical analysis of the influence of different parameters on the microtensile bond strength of adhesives to dentin. *J Adh Dent* 2008;10:7-16.
16. Ghassemieh E. Evaluation of sources of uncertainties in microtensile bond strength of dental adhesive system for different specimen geometries. *Dent Mater* 2008;24:536-547.
17. Meira J, Souza R, Driemeier L, Ballester R. Stress concentration in microtensile tests using uniform material. *J Adh Dent* 2004;6:267-273.
18. Soares CJ, Soares PV, Santos-Filho PCF, Armstrong SR. Microtensile Specimen Attachment and Shape Finite Element Analysis. *J Dent Res* 2008;87:89-93.

19. El Zohairy AA, de Gee AJ, de Jager N, van Ruijven LJ, Feilzer AJ. The Influence of specimen attachment and dimension on microtensile strength. *J Dent Res* 2004;83:420-424.
20. Roulet J-F, van Meerbeek B. Statistics: a nuisance, a tool, or a must? *J Adh Dent* 2007;3:287-288.
21. Eckert G, Platt J. A statistical evaluation of microtensile bond strength methodology for dental adhesives. *Dent Mater* 2007;23:385-391.
22. Loguercio AD, Barroso LP, Grande RHM, Reisa A. Comparison of Intra- and Intertooth Resin-Dentin Bond Strength Variability. *J Adh Dent* 2005;7:151-158.
23. Shono Y, Ogawa T, Terashita M, Carvalho RM, Pashley EL, Pashley DH. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. *J Dent Res* 1999;78:699-705.
24. Armstrong SR, Boyer DB, Keller JC. Microtensile bond strength testing and failure analysis of two dentin adhesives. *Dent Mater* 1998;14:37-43.
25. Gamborgi GP, Loguercio AD, Reis A. Influence of enamel border and regional variability on durability of resin-dentin bonds. *J Dent* 2007;35:371-376.
26. Sengun A, Ünlü N, Ozturk B, Özer F. Microtensile Bond Strength of Two Resin Composite Materials Placed with Direct and Indirect Techniques under Simulated Pulpal Pressure. *J Adh Dent* 2005;7:197-202.
27. Cabrera E, de la Macorra JC. Polymerization Shrinkage Influences Microtensile Bond Strength. *J Dent Res* 2007;86:227-231.
28. Davidson CL, de Gee AJ, Feilzer A. The competition between the composite-dentin bond strength and the polymerization contraction stress. *J Dent Res* 1984;63:1396-1399.
29. Hashimoto M, de Gee AJ, Feilzer AJ. Polymerization contraction stress in dentin adhesives bonded to dentin and enamel. *Dent Mater* 2008;24:1304-1310.

30. Chiang YC, Roesch P, Lin CP, Hickel R, Kunzelmann KH. Deformation analysis of composite polymerization shrinkage from [mu]CT images. *Dent Mater* 2009;25:e10-e10.
31. Irie M, Suzuki K, Watts DC. Marginal gap formation of light-activated restorative materials: effects of immediate setting shrinkage and bond strength. *Dent Mater* 2002;18:203-210.
32. Frankenberger R, Krämer N, Lohbauer U, SANikolaenko, Reich S. Marginal Integrity: Is the Clinical Performance of Bonded Restorations Predictable In Vitro? *J Adh Dent* 2007;9:107-116.
33. Irie M, Suzuki K. Current luting cements: marginal gap formation of composite inlay and their mechanical properties. *Dent Mater* 2001;17:347-353.
34. Loguercio AD, Uceda-Gomez N, Carrilho MR, Reis A. Influence of specimen size and regional variation on long-term resin-dentin bond strength. *Dent Mater* 2005;21:224-231.
35. Sandelowski M, Jones LC, Shih HC, Huan JK, Greenough RJ, Perry CJ, et al. Regional bond strengths of resins to human root dentine. *J Dent* 1996;24:435-442.
36. Yoshiyama M, Matsuo T, Ebisu S, Pashley D. Regional bond strengths of self-etching/self-priming adhesive systems. *J Dent* 1998;26:609-616.
37. Pereira PN, Okuda M, Sano H, Yoshikawa T, Burrow MF, Tagami J. Effect of intrinsic wetness and regional difference on dentin bond strength. *Dent Mater* 1999;15:46-53.
38. Yeşilyurt C, Bulucu B. Bond Strength of Total-Etch and Self-Etch Dentin Adhesive Systems on Peripheral and Central Dentinal Tissue: A Microtensile Bond Strength Test *Journal of Contemporary Dental Practice* 2006;7:26-36.

39. Proenca JP, Polido M, Osorio E, Erhardt MCG, Aguilera FS, Garcia-Godoy F, et al. Dentin regional bond strength of self-etch and total-etch adhesive systems. *Dent Mater* 2007;23:1542-1548.
40. Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. *Dent Mater* 1998;14:120-128.
41. Escribano NI, Del-Nero MO, de la Macorra JC. Inverse relationship between tensile bond strength and dimensions of bonded area. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2003;66:419-424.
42. Shono Y, Terashita M, Pashley EL, Brewer PD, Pashley DH. Effects of cross-sectional area on resin-enamel tensile bond strength. *Dent Mater* 1997;13:290-296.
43. Yamaguchi K, Miyazaki M, Takamizawa T, Tsubota K, Rikuta A. Influence of crosshead speed on micro-tensile bond strength of two-step adhesive systems. *Dent Mater* 2006;22:420-425.
44. Camargo MA, Marques MM, de Cara AA. Morphological analysis of human and bovine dentine by scanning electron microscope investigation. *Arch Oral Biol* 2008;53:105-108.
45. Krifka S, Börzsönyi A, Koch A, Hiller K-A, Schmalz G, Friedl K-H. Bond strength of adhesive systems to dentin and enamel--Human vs. bovine primary teeth in vitro. *Dent Mater* 2008;24:888-894.
46. Schilke R, Lisson JA, Bauß O, Geurtsen W. Comparison of the number and diameter of dentinal tubules in human and bovine dentine by scanning electron microscopic investigation. *Arch Oral Biol* 2000;45:355-361.
47. de Goes MF, Giannini M, Foxton RM, Nikaido T, Tagami J. Microtensile bond strength between crown and root dentin and two adhesive systems. *Journal of Prosthetic Dentistry* 2007;97:223-228.

48. Calheiros FC, Sadek FT, Braga RR, Cardoso PEC. Polymerization contraction stress of low-shrinkage composites and its correlation with microleakage in class V restorations. *J Dent* 2004;32:407-412.
49. Mota CS, Demarco FF, Camacho GB, Powers JM. Tensile bond strength of four resin luting agents bonded to bovine enamel and dentin. *Journal of Prosthetic Dentistry* 2003;89:558-564.
50. He Z, Shimada Y, Tagami J. The effects of cavity size and incremental technique on micro-tensile bond strength of resin composite in Class I cavities. *Dent Mater* 2007;23:533-538.
51. Wegehaupt F, Gries D, Wiegand A, Attin T. Is bovine dentine an appropriate substitute for human dentine in erosion-abrasion tests? *J Oral Rehab* 2008;35:390-394.
52. Loguercio AD, Reis A, Ballester RY. Polymerization shrinkage: effects of constraint and filling technique in composite restorations. *Dent Mater* 2004;20:236-243.
53. Loguercio AD, Reis A, Schroeder M, Balducci I, Versluis A, Ballester RY. Polymerization shrinkage: effects of boundary conditions and filling technique of resin composite restorations. *J Dent* 2004;32:459-470.
54. Braga RR, Boaro LC, Kuroe T, Azevedo CL, Singer JM. Influence of cavity dimensions and their derivatives (volume and 'C' factor) on shrinkage stress development and microleakage of composite restorations. *Dent Mater* 2006;22:818-823.
55. Ferracane JL, Mitchem JC. Relationship between composite contraction stress and leakage in Class V cavities. *Am J Dent* 2003;16:239-243.

56. Kinomoto Y, Torii M, Takeshige F, Ebisu S. Polymerization contraction stress of resin composite restorations in a model Class I cavity configuration using photoelastic analysis. *Journal of Esthetic Dentistry* 2000;12:309-319.
57. Choi KK, Ryu GJ, Choi SM, Lee MJ, Park SJ, Ferracane JL. Effects of cavity configuration on composite restoration. *Op Dent* 2004;29:462-469.
58. Pereira RA, Araujo PAd, Castañeda-Espinosa JC, Mondelli RFL. Comparative analysis of the shrinkage stress of composite resins. *Journal of Applied Oral Sciences* 2008;16:30-34.
59. Reis AF, Giannini M, Kavaguchi A, Soares CJ, Line SRP. Comparison of Microtensile Bond Strength to Enamel and Dentin of Human, Bovine, and Porcine Teeth. *J Adh Dent* 2004;6:117-121.
60. Kitasako Y, Burrow MF, Nikaido T, Harada N, Inokoshi S, Yamada T, et al. Shear and tensile bond testing for resin cement evaluation. *Dent Mater* 1995;11:298-304.
61. Betamar N, Cardew G, van Noort R. Influence of Specimen Designs on the Microtensile Bond Strength of Dentin. *J Adh Dent* 2007;9:159-168.
62. Ilie N, Kunzelmann KH, Hickel R. Evaluation of micro-tensile bond strengths of composite materials in comparison to their polymerization shrinkage. *Dent Mater* 2006;22:593-601.
63. Sakaguchi RL, Wiltbank BD, Murchison CF. Prediction of composite elastic modulus and polymerization shrinkage by computational micromechanics. *Dent Mater* 2004;20:397-401.
64. Eick JD, Kotha SP, Chappelow CC, Kilway KV, Giese GJ, Glaros AG, et al. Properties of silorane-based dental resins and composites containing a stress-reducing monomer. *Dent Mater* 2007;23:1011-1017.

65. Combe EC, Shaglouf AMS, Watts DC, Wilson NHF. Mechanical properties of direct core build-up materials. *Dent Mater* 1999;15:158-165.
66. Betamar N, Cardew G, van Noort R. The Effect of Variations in Hourglass Specimen Design on Microtensile Bond Strenght to Dentin. *J Adh Dent* 2007;9:427-436.
67. Burrow MF, Thomas D, Swain MV, Tyas MJ. Analysis of tensile bond strengths using Weibull statistics. *Biomater* 2004;25:5031-5035.
68. Bortolotto T, Mileo A, Krejci I. Strength of the bond as a predictor of marginal performance: An in vitro evaluation of contemporary adhesives. *Dent Mater* 2010;26:242-248.
69. Cagidiaco MC, Ferrari M, Vichi A, Davidson CL. Mapping of tubule and intertubule surface areas available for bonding in Class V and Class II preparations. *J Dent* 1997;25:379-389.
70. Sattabanasuk V, Shimada Y, Tagami J. The bond of resin to different dentin surface characteristics. *Op Dent* 2004;29:333-341.
71. Huo B. An inhomogeneous and anisotropic constitutive model of human dentin. *Journal of Biomechanics* 2005;38:587-594.
72. Zheng L, Pereira PNR, Somphone P, Nikaido T, Tagami J. Effect of hydrostatic pressure on regional bond strengths of compomers to dentine. *J Dent* 2000;28:501-508.
73. Pereira PNR, Sano H, Ogata M, Zheng L, Nakajima M, Tagami J, et al. Effect of region and dentin perfusion on bond strengths of resin-modified glass ionomer cements. *J Dent* 2000;28:347-354.

4.1 MÉTODO DE MICROTRACCIÓN

Hace años que los métodos de tensión y cizalla convencionales han sido sustituidos por los de microcizalla y microtracción debido a la versatilidad que ofrecen (Pashley DH *et al.*, 1999). Éste último es un método ampliamente utilizado en investigación sobre adhesión en Odontología desde que Sano y colaboradores lo introdujeran en 1994 (Sano H *et al.*, 1994), y permite medir la resistencia adhesiva entre un material y pequeñas áreas de tejido dental (de alrededor de 1 mm²).

La revisión que hicieron Pashley y colaboradores en 1999 (Pashley DH *et al.*, 1999) sobre el test de microtracción pone de manifiesto las ventajas que ofrece este método frente a otros: nos permite medir la resistencia adhesiva en cavidades más complejas y no sólo en superficies planas, así como las variaciones regionales en las distintas zonas de una misma interfase, se producen más fracturas adhesivas de las muestras y menos cohesivas, las medias y varianzas pueden medirse dentro de un mismo diente, permite medir las fuerzas de adhesión sobre superficies irregulares y permite que las muestras sean de áreas tan pequeñas como sean manejables, favoreciendo su evaluación post-fractura mediante el microscopio electrónico de barrido. Como desventajas, se puede decir que el método es técnicamente complejo, laborioso, precisa de una aparatología bastante cara y el riesgo de deshidratación potencial de las muestras es demasiado alto. De hecho, existen una gran cantidad de variables que afectan los resultados de este método no siempre controladas por el operador (Armstrong S *et al.*, 2010; El Zohairy AA *et al.*, 2004).

Se ha demostrado además que las interfases de superficies pequeñas tienen una mejor distribución del estrés durante la aplicación de tensión, obteniéndose resultados de resistencia adhesiva mayores que con áreas de mayor tamaño (Sano H *et al.*, 1994). De hecho, las muestras con áreas de aproximadamente 1 mm² alcanzan valores de adhesión significativamente mayores que las de 2 mm², tanto en los métodos de microcizalla como en los de microtracción (Phrukkanon S, Burrow MF y Tyas MJ, 1998a; Goracci C *et al.*, 2004).

La relación del área adherida y los valores de tensión máxima para la fractura de la interfase también se pone de manifiesto en nuestros trabajos. Las características de la cortadora que se ha utilizado en todos ellos hacen imposible obtener barritas de exactamente el mismo área. De hecho, las áreas varían de 0,40 a 2 mm² aproximadamente, lo que supone una variabilidad muy importante. Estas fluctuaciones son el resultado de las oscilaciones por las variaciones en la tensión de la banda diamantada y de otras condiciones experimentales. Si se hubiera utilizado una cortadora de disco, probablemente estas variaciones habrían sido menores, a pesar de que técnicamente no es posible obtener barritas del mismo área exactamente.

Para el estudio estadístico de los datos de las áreas y microtracción no se puede aplicar el test de ANOVA, ya que para ello la relación ha de ser proporcional como en otros estudios previos (Phrukkanon S, Burrow MF y Tyas MJ, 1998a). Se ha descrito que la relación entre los valores de resistencia adhesiva y el área pueden seguir una distribución logarítmica (Sano H *et al.*, 1994), lineal (Phrukkanon S, Burrow MF y Tyas MJ, 1998b), inversa (Escribano NI, del-Nero MO y Macorra JC, 2003) o exponencial (Shono Y *et al.*, 1997). Los resultados de nuestros estudios demuestran que tienen una relación inversa.

Con el fin de minimizar la influencia del área en los resultados y poder valorar el efecto de la variable de la distancia al centro de la restauración, a partir del segundo estudio los resultados de microtracción se transformaron en residuos, que suponen la distancia de cada dato a la línea de regresión entre el área adherida y la tensión máxima alcanzada. Si los residuos fueran igual a cero, todos los resultados estarían alineados exactamente en la línea de regresión, todas las variaciones en los datos de microtracción se explicarían por las diferencias en el área adherida y no se habría encontrado el efecto de la distancia al centro de la restauración.

El coeficiente de Pearson de dicha línea de regresión es bastante bajo pero estadísticamente significativo (0,17, 0,12 y 0,26 en el segundo, tercer y cuarto trabajo respectivamente). Esto es debido a la variabilidad intrínseca de las muestras por su área y al efecto de la distancia de cada una de ellas al centro.

Si estudiamos la dispersión de los datos alrededor de la curva de regresión en los grupos donde se coloca el material en un solo incremento o en bloques separados, ésta es mucho más evidente en los primeros. El efecto de la distancia al centro de la restauración es entonces mucho más influyente, produciendo una mayor dispersión. En las muestras del grupo que se obtiene de bloques separados en distintas zonas del diente no se espera la influencia de la distancia, con lo que la relación entre el área y la resistencia adhesiva es más fuerte y la dispersión de los datos mucho menor.

Es importante remarcar que el ajuste de las diferencias entre datos de microtracción y áreas de adhesión supone una dificultad en la interpretación clínica de los resultados. En primer lugar, los valores de tensión máxima se ven reducidos, ya que el residuo es la resta de cada valor a dicha línea. Por otro lado, en ocasiones incluso serán negativos (en los casos donde el dato se encuentre por debajo de la línea de regresión).

Al cortar las muestras en sentido perpendicular a la interfase en todos los estudios presentados, obtenemos barritas con una sección de corte cuadrangular compuestas por el tejido dentario y el material de restauración de cada caso. No se modifica su forma para someterlas al test de microtracción, ya que al hacerlo no existen diferencias estadísticamente significativas con respecto a los valores de resistencia adhesiva obtenidos (Phrukkanon S, Burrow MF y Tyas MJ, 1998b). Con el fin de inducir las fracturas adhesivas, otros estudios redondean las muestras a nivel de la interfase (Pereira PN *et al.*, 1999) o las adelgazan dándoles forma de reloj de arena (Sano H *et al.*, 1994; Yoshiyama M *et al.*, 1996). Sin embargo, estas acciones pueden inducir un estrés en la interfase que provoque más fallos pre-test durante la manipulación de las barritas (Ghassemieh E, 2008; Soares CJ *et al.*, 2008). Adelgazar de una u otra forma la interfase puede ser especialmente traumático cuando adherimos a esmalte, probablemente debido a la fragilidad intrínseca de este tejido (Goracci C *et al.*, 2004).

4.2 DIFERENCIAS EN EL SUSTRATO DE ADHESIÓN

En líneas generales, tanto el esmalte como la dentina son superficies válidas para realizar el test de microtracción (Cardoso PE *et al.*, 2002). Sin embargo, usando los mismos materiales, los valores máximos de resistencia adhesiva son distintos debido a las diferencias estructurales entre ambos sustratos (Giannini M, Soares CJ y Carvalho RM, 2004).

En el primer estudio realizamos la adhesión del material a esmalte con el fin de minimizar las variables que influyen en los valores de resistencia adhesiva. Al ser un sustrato con un mayor contenido mineral y una microestructura menos compleja, podría esperarse que fuera algo más homogéneo y las variaciones interdentaria no serían tan acusadas como en la dentina (Loguercio AD *et al.*, 2005a). La influencia de la región dentinaria en la adhesión está ampliamente demostrada, ya sea por el distinto área de los túbulos dentinarios de la dentina coronal, cervical, media o apical (Yoshiyama M *et al.*, 1996; Yoshiyama M *et al.*, 1998) que determinan la humedad superficial (Pereira PN *et al.*, 1999; Tao L y Pashley DH, 1989) o por el número y orientación de dichos túbulos que favorecen la formación de “tags” de resina de una forma distinta en la dentina superficial, media o profunda (Loguercio AD *et al.*, 2005a; Yang B *et al.*, 2006; Giannini M *et al.*, 2001; Zaslansky P, Zabler S y Fratzl F, 2010). Es por esto que decidimos comenzar por el esmalte como sustrato de adhesión, ya que no es tan heterogéneo como la dentina (Huo B, 2005).

Aún así, la idoneidad del esmalte como sustrato en los estudios de adhesión no está tan clara.

Por un lado, los resultados de resistencia adhesiva también dependen de la región del diente debido a la distinta orientación de los prismas de esmalte (Shimada Y *et al.*, 2005; Shono Y *et al.*, 1997; Giannini M, Soares CJ y Carvalho RM, 2004). Debido a su naturaleza anisotrópica, la fuerza de adhesión es mucho más débil si se aplica el estrés de forma perpendicular a la orientación de los prismas (Carvalho RM *et al.*, 2000). Si por el contrario aplicamos la carga en sentido paralelo a los prismas de esmalte, la resistencia adhesiva es mucho mayor (Giannini M *et al.*, 2001). En el primer estudio, al igual que en la mayoría de las situaciones clínicas, el composite se adhiere al esmalte

aproximadamente paralelo a los primas. Sin embargo, el efecto de la distancia al centro y la concentración del estrés de contracción en la periferia minimizan la influencia del sustrato en la resistencia adhesiva, ya que las diferencias en los valores de adhesión en el grupo de especímenes separados no son estadísticamente significativas, ya sea sobre esmalte cervical, medio o incisal.

Por otro lado, el alto contenido mineral del esmalte le proporciona dureza, mientras que su alto módulo de elasticidad y la baja resistencia a la tensión hacen de él una estructura quebradiza (Giannini M, Soares CJ y Carvalho RM, 2004). Es por esto que, si se analizan los especímenes antes de someterlos a carga, se revela una gran cantidad de microfracturas y microgrietas en el esmalte si los comparamos con muestras de dentina, tanto si se hace con lupa estereoscópica (Cardoso PE *et al.*, 2002) como con microscopio electrónico de barrido (Ferrari M *et al.*, 2002). Esta observación indica que el esmalte puede ser un sustrato inadecuado si utilizamos muestras de microtracción con un área de adhesión demasiado pequeña debido a su naturaleza frágil y anisotrópica (Giannini M, Soares CJ y Carvalho RM, 2004). Ésta puede ser la explicación de la gran desviación estándar de los resultados del primer estudio.

Otra posible explicación es que los resultados de resistencia adhesiva en esmalte se ven mucho más afectados en los extremos respecto al centro de la restauración que cuando el material se adhiere a un sustrato más flexible como es la dentina. Esto es debido a que la cantidad de estrés también está relacionado con la flexibilidad del sustrato al que está adherido el material (Meira JB *et al.*, 2007). La tendencia es a incrementar los niveles de estrés concentrados en una masa de material al descender la flexibilidad de la superficie adherida (Laughlin GA, Williams JL y Elick D, 2002).

Los tres trabajos posteriores se realizaron con la dentina como sustrato de adhesión, de forma similar a lo que se utiliza en la mayoría de los estudios donde se usa el método de microtracción. Lo que fue variando en cada uno de ellos fue el tipo y disposición del material con el fin de estudiar su comportamiento en distintas situaciones clínicas.

La dentina es un sustrato que ofrece variabilidad en los resultados del test de microtracción tanto por diferencias intradiente como interdiente (Loguercio AD *et al.*, 2005a), lo que a veces puede hacer difícil que los valores obtenidos sean comparables. Dentro del mismo tipo de dentina (superficial, media o profunda), la localización intradentaria ofrece distintos resultados de resistencia adhesiva según sea su distancia a la unión amelodentinaria (Giannini M, Soares CJ y Carvalho RM, 2004). Esta es la razón por la que transformamos los residuos en porcentajes de tensión máxima en cada diente (PTens), ya que está demostrado que la variabilidad intradiente es muy acusada (Loguercio AD *et al.*, 2005a). Si relacionamos cada barrita con el valor máximo alcanzado en cada diente, relativizamos los resultados, haciéndolos comparables unos con otros.

Al transformar los valores de adhesión en esta nueva variable PTens se aumenta proporcionalmente su dispersión. Al transformar el valor máximo de tensión máxima en cada diente a PTens 100%, el resto de valores de la misma muestra también varía en función de ese valor, lo que produce una mayor dispersión de los datos. Aún así, la correlación entre los valores de tensión y la distancia es lo suficientemente importante como para que sea estadísticamente significativa.

En todos los estudios que comprenden esta Tesis Doctoral se comparan dos grupos. En uno se adhiere el material en un único incremento sobre el área a medir, y el otro es el control, donde se adhiere el material en pequeños bloques independientes sobre toda la superficie de esmalte o dentina, dependiendo del estudio. Aunque existen diferencias en los valores de adhesión debido a las diferencias en el sustrato de adhesión a lo largo y ancho del sustrato dental en ambos grupos, éstas no son estadísticamente significativas, igual que en otros estudios similares (Walter R, Miguez PA y Pereira PN, 2005; Proença JP *et al.*, 2007). Estos datos demuestran que las diferencias en la orientación de los prismas de esmalte (Carvalho RM *et al.*, 2000) o en la profundidad de la dentina (Yoshikawa T *et al.*, 1999), densidad de túbulos dentinarios (Giannini M *et al.*, 2001), o la distancia a la unión amelodentinaria (Giannini M, Soares CJ y Carvalho RM, 2004) no son las causas de las diferencias en los valores de resistencia adhesiva en las distintas regiones de la interfase.

La necesidad de trabajar con áreas amplias es lo que nos llevó a elegir incisivos bovinos frente a humanos. No existen diferencias histológicas relevantes entre el esmalte y dentina bovinos y humanos que produzcan diferencias en los valores de resistencia adhesiva, tanto en dientes temporales (Krifka S *et al.*, 2008) como en definitivos (Reis AF *et al.*, 2004). La dentina bovina es por tanto una excelente sustituta de la humana, ya que presenta aspectos clínicos y micro-morfológicos muy similares (Schilke R *et al.*, 2000; Camargo MA, Marques MM y de Cara AA, 2008). La cara vestibular de los incisivos bovinos nos permite obtener muestras bastante más grandes de lo que podría hacerlo un diente humano (aproximadamente 10-11 mm), de forma que conseguimos magnificar el hipotético efecto de la distancia al centro de la restauración en la resistencia adhesiva.

Las diferencias en la longitud de los dientes hacen necesario transformar la distancia de cada muestra al centro de la restauración en una nueva variable denominada PDistance, que es un porcentaje de la longitud máxima de cada muestra. Aunque la transformación de variables hace la interpretación de los resultados mucho más compleja, fue necesario porque así permitió comparar los datos obtenidos de muestras con distintos tamaños.

4.3 PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

Desde que el factor de configuración o factor C fue descrito en 1987 (Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1987), el cómo influye en el estrés de contracción ha sido objeto de múltiples estudios. A pesar de que su significación clínica es baja (Van Dijken JWV, 2010) y que las muestras realizadas en todos los estudios de esta Tesis intentan simular una situación lo más real posible, lo cierto es que hay algunos estudios *in vitro* que ponen de manifiesto la afectación de la resistencia adhesiva de un material colocado en una cavidad comparado a cuando se adhiere a una superficie plana (Nikaido T *et al.*, 2002). Aparentemente, una superficie plana ofrece un factor de configuración más bajo que permite una mayor reducción del estrés de contracción por la deformación plástica del material en la fase pre-gel (*flow*) (Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1990a). Aunque hay estudios similares que no encuentran diferencias estadísticamente

significativas entre ambas situaciones (Yoshikawa T *et al.*, 1999), lo cierto es que preferimos obviar el posible efecto adverso que presumiblemente tiene el factor C sobre la resistencia adhesiva por el aumento del estrés de contracción (Loguercio AD, Reis A y Ballester RY, 2004). Para ello, se prepararon las superficies planas de esmalte o dentina. Con esto también evitamos la convexidad natural de las caras vestibulares de los incisivos y con ello los posibles efectos que pudieran tener las superficies inclinadas sobre la orientación de los vectores de las fuerzas de contracción.

Por otra parte, la relación entre el desarrollo del estrés de contracción y el factor C es inversamente proporcional en los sistemas de medición del estrés que permiten deformaciones (Alster D *et al.*, 1997a). Siendo así que la dentina es un sustrato flexible, cabe la posibilidad de que la situación clínica que reproducimos en todos los trabajos no sea la más favorable en cuanto al desarrollo del estrés se refiere. En este tipo de estudios los factores de configuración más bajos son los que producen valores de estrés más altos (Watts DC y Satterthwaite JD, 2008), ya que coinciden con mayores volúmenes de material que también sufren una mayor contracción (Miguel A y Macorra JC, 2001; Watts DC, Marouf AS y Al-Hindi AM, 2003). Con el tipo de especímenes que diseñamos para nuestros estudios (adhesión a superficies planas sobre un sustrato flexible) quizás estuviéramos favoreciendo el estrés de contracción y con él maximizando el efecto negativo que tiene sobre la adhesión en los márgenes de la restauración.

Dada la importancia del grosor de la capa del cemento de resina en la contracción de polimerización (Alster D *et al.*, 1995), en las muestras del tercer estudio se mantuvo la misma altura en todos los especímenes mediante un separador de acetato de 20 μm de espesor. De esta manera, conseguimos tener una capa de cemento entre el bloque de composite prepolimerizado y la dentina de aproximadamente el mismo grosor en todas las muestras.

Hace tiempo que se sabe que la contracción de los composites fotopolimerizables no se dirige hacia la luz y los de activación química tampoco lo hacen hacia el centro de la masa si están adheridos a la estructura dental (Versluis A, Tantbirojn D y Douglas WH, 1998). Si el material está adherido, las condiciones de adhesión determinan la dirección de los vectores de contracción que se dirigen hacia la interfase (Loguercio AD *et al.*,

2004) y sólo se afecta ligeramente por la posición de la lámpara con respecto a la masa de material (Versluis A, Tantbirojn D y Douglas WH, 1998). Una inclinación de la luz de 45° respecto a la superficie externa supone un descenso de la intensidad que afecta la calidad de la polimerización (Versluis A, Tantbirojn D y Douglas WH, 1998), con lo que es muy importante respetar la orientación de la luz perpendicular al composite a polimerizar.

La distribución de la luz en los composites fotopolimerizables también afecta a la calidad de la interfase (Versluis A, Tantbirojn D y Douglas WH, 1998; Loguercio AD *et al.*, 2004), al grado de conversión de material (Braga RR y Ferracane JL, 2002) y por ende a sus propiedades mecánicas (Calheiros FC *et al.*, 2004a). Normalmente la luz no se distribuye de forma homogénea en todo el material, lo que hace que varíen estos parámetros según el tiempo de exposición y la intensidad de la luz (Versluis A, Tantbirojn D y Douglas WH, 2004).

Conseguir una correcta fotopolimerización del material es algo que nos ha preocupado desde el primer estudio. Los resultados pueden tener también que ver con este tema. El área de composite a polimerizar es mayor que el diámetro del terminal de la lámpara, haciendo que no se polimerice todo el material al mismo tiempo ya que la intensidad de la luz disminuye del centro a la periferia (Lee IB *et al.*, 2006). Para ello, polimerizamos el material en tres periodos de 20 segundos en la zona gingival, central e incisal para conseguir polimerizar correctamente todo el material. Al hacer esto, el centro de la restauración inevitablemente recibía una mayor cantidad de luz, pudiendo resultar favorecida la calidad de la interfase del centro respecto a la zona periférica. Con el fin de evaluar este efecto, en el cuarto trabajo se incluyó el estudio de materiales autopolimerizables donde se excluyera el efecto de la luz. Al comparar los resultados de resistencia adhesiva de estas resinas con respecto a las fotopolimerizables, concluimos que el efecto del estrés de contracción es el mismo en unos materiales y otros, de forma que la luz no es relevante en este sentido. En principio, los materiales de activación química presentan un patrón de distribución del estrés similar a los de activación lumínica (Kinomoto Y *et al.*, 1999; Versluis A, Tantbirojn D y Douglas WH, 1998). Sólo

varía la magnitud del estrés, siendo mayores los niveles en los fotopolimerizables (Kinomoto Y *et al.*, 1999; Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1993).

Con respecto a la forma de curado, el cemento de resina utilizado en el tercer estudio es dual. A pesar de que obviar el uso de luz y permitir la polimerización exclusivamente de forma química podría hacer que mejoraran los niveles de estrés de contracción, se prefirió iniciar el proceso mediante activación lumínica porque el material quimiopolimerizable tarda más en establecer una adhesión madura y estable (Shimada Y *et al.*, 2005; Walter R, Miguez PA y Pereira PN, 2005) y alcanza un menor grado de conversión que empeora sus propiedades mecánicas y los monómeros libres tienen una cierta toxicidad pulpar (Spinell T, Schedle A y Watts DC, 2009).

4.4 DISTRIBUCIÓN DE LAS FUERZAS DE ESTRÉS DE CONTRACCIÓN EN LA INTERFASE Y SU RELACIÓN CON LA CALIDAD ADHESIVA

Hace más de 20 años que Feilzer y colaboradores (Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1990b) observaron que las fuerzas que resultaban de la contracción de polimerización de las resinas compuestas producían curvaturas en la superficie de adhesión cuando éstas se adherían a un sustrato rígido. Pronto se desarrolló la idea de que estas fuerzas tangenciales podrían poner en peligro la adhesión a nivel de los márgenes de una restauración (Alster D *et al.*, 1995). De hecho, cuando se usa el método de la deflexión del disco no adherido, las fuerzas tangenciales que surgen de la contracción radial consiguen despegarlo del vidrio sobre el que se encuentra el material (Lee IB *et al.*, 2006). Análisis de elementos finitos demuestran que el estrés resultante de la contracción está orientado en las tres dimensiones del espacio (Laughlin GA, Williams JL y Elick D, 2002) y que el componente tangencial es potencialmente mucho más perjudicial porque sufre una menor relajación que el axial (Barink M *et al.*, 2003).

En 1991, Watts y Cash (Watts DC y Cash AJ, 1991) desarrollaron el método de la deflexión del disco para medir la contracción lineal de las resinas compuestas, basado en el efecto descrito por Wilson en 1978 (Wilson HJ, 1978) y con la referencia del estudio de Feilzer y colaboradores publicado un año antes (Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL,

1990b). Este método permite medir la contracción lineal de un disco de composite y extrapolarlo a la contracción volumétrica cuando sus dimensiones son las adecuadas (Watts DC y Marouf AS, 2000). Son las fuerzas tangenciales mencionadas anteriormente las responsables de la deflexión del disco, ya que éste tiende a combarse tras la polimerización del material. La distribución de esas fuerzas y el efecto negativo que tienen en la calidad de la adhesión dependerá del diámetro (Witzel MF, Braga RR y Ballester RY, 2005), del grosor de la capa de material (Alster D *et al.*, 1995) y del módulo elástico del sustrato de adhesión (Meira JB *et al.*, 2007). La dirección de la contracción depende también de la extensión y la calidad de adhesión de la resina compuesta que dirige la contracción hacia el centro de la interfase. Así, la calidad de adhesión puede considerarse un factor crucial en la evaluación de la dirección de la contracción de polimerización (Cho BH *et al.*, 2002).

La contracción volumétrica de una resina compuesta, normalmente distribuida en las tres dimensiones del espacio, tiende a orientarse en una única dirección cuando aumenta el factor C (si la superficie adherida es mayor) (Feilzer AJ, de Gee AJ y Davidson CL, 1989). Aunque se ha descrito que sólo el estrés uniaxial es clínicamente relevante (Watts DC y Satterthwaite JD, 2008), los resultados de los estudios presentados en esta Tesis Doctoral demuestran los importantes efectos potenciales del estrés no axial.

La determinación de la dirección de los vectores de contracción de forma directa es muy complicada. Los estudios que comprenden la presente Tesis Doctoral se basan en la interpretación de observaciones indirectas, en este caso, la medición de la fuerza de adhesión. Existen otros estudios donde se ha evaluado la relación de la resistencia adhesiva con la contracción de polimerización de las resinas compuestas (Ilie N, Kunzelmann K-H, Hickel R, 2006). Los resultados coinciden en señalar que las fuerzas de contracción pueden afectar la integridad de la interfase entre el material de restauración y el diente, especialmente en el suelo cavitario (Cho BH *et al.*, 2002) y si la superficie adherida es amplia (Ilie N, Kunzelmann K-H, Hickel R, 2006). Es por esto, que en el segundo estudio, al comparar distintos materiales con una contracción de polimerización y un módulo elástico diferentes, existen diferencias estadísticamente significativas en los valores de resistencia adhesiva según el material. Cuanto mayor es el

tiempo desde el inicio de la polimerización al punto de gel, más tiempo tiene el material para aliviar el estrés de contracción, llegando a niveles más bajos de estrés, un módulo de elasticidad más bajo y unos valores de resistencia adhesiva más altos (Ilie N, Kunzelmann K-H, Hickel R, 2006; Boaro LC *et al.*, 2010). Es lógico entonces, que en los siloranos, que presentan una fase pre-gel más larga (Ilie N *et al.*, 2007) y una contracción volumétrica de alrededor del 1-1,4% (Weinmann W, Thalacker C y Guggenberger R, 2005; Boaro LC *et al.*, 2010), el efecto del estrés de contracción en los márgenes de la restauración no varía en relación al centro, haciendo que tengan una mejor adaptación marginal inicial que las resinas compuestas convencionales (Papadogiannis D *et al.*, 2009). Este efecto es tanto más evidente cuanto mayor es la contracción volumétrica del material (Spectrum TPH mayor que Filtek Z250). La reducción de la contracción volumétrica y un menor estrés de contracción se han identificado como factores cruciales en la mejora de la adaptación marginal de los materiales (Kurokawa R *et al.*, 2007).

Con respecto a la relación entre el módulo de elasticidad del material y el estrés máximo alcanzado, éste es mayor en los materiales más rígidos (Ilie N, Kunzelmann K-H, Hickel R, 2006; Sakaguchi RL, Wiltbank BD y Murchinson CF, 2004b). Sin embargo, a pesar de la diferencia tan grande en el módulo *E* de los materiales utilizados en el cuarto estudio, no se encontraron diferencias estadísticamente significativas en las curvas de regresión entre PTens y PDistance. Aparentemente, el efecto teórico que puede tener la rigidez del material en el estrés de contracción no produce diferencias relevantes clínicamente.

Existen estudios que señalan el grosor de la capa de material como uno de los factores que influye en la distribución de las fuerzas de contracción (Barszczewska-Rybarek, 2009; Asmussen E y Peutzfeldt A, 1999; Watts DC, Marouf AS y Al-Hindi AM, 2003). La dirección de la contracción es el resultado de la interacción de la dirección de la luz, las condiciones de adhesión del material y el grosor de la capa (Asmussen E y Peutzfeldt A, 1999). Cuando se analizan los patrones de fractura de capas finas de material tras su polimerización con microscopio de fuerzas atómicas, las fuerzas tendían a una orientación unidireccional (Barszczewska-Rybarek, 2009). Esto se corrobora en

otro tipo de estudios, donde los vectores de las fuerzas de contracción se dirigen axiales a la superficie adherida en capas finas de material y las más gruesas concentran un mayor nivel de estrés (alrededor de un 11-15% más) haciendo que los vectores se dirijan tanto axial como transversalmente (Watts DC, Marouf AS y Al-Hindi AM, 2003).

La influencia del grosor de la capa de material en el desarrollo del estrés de contracción tiene su importancia en el tercer estudio de esta Tesis. En dicho trabajo se estudia el comportamiento de un cemento de resina, donde el espesor es mucho menor que el de los materiales de restauración directa. En general, la relación entre el volumen de material y el estrés de contracción depende de la flexibilidad del sistema de medición (Alster D *et al.*, 1997a; Witzel MF *et al.*, 2007). La medición del estrés de contracción a través de la resistencia adhesiva entre composite y dentina puede considerarse un sistema flexible, donde el módulo de elasticidad del sustrato permite un cierto alivio del estrés. En este tipo de estudios, una capa fina de material produce un menor estrés de contracción (De Jager N, Pallav P y Feilzer AJ, 2005), ya que supone un menor volumen de material y por tanto sufre menos contracción (Miguel A y Macorra JC, 2001). Si a esto le añadimos lo anteriormente descrito, donde la dirección de los vectores de contracción en capas finas de material se dirige uniaxialmente (Watts DC, Marouf AS y Al-Hindi AM, 2003), cabría esperar unos resultados distintos a los encontrados en estudios anteriores. Si esto fuera así, un menor estrés de contracción y una distribución de las fuerzas hacia la interfase podrían hacer que no existieran diferencias estadísticamente significativas entre los valores de resistencia adhesiva del centro y la periferia. Sin embargo, los resultados confirman de nuevo la tendencia a producirse un detrimento de la calidad de la interfase en los márgenes de la restauración con respecto al centro, incluso si se trata de cementar una restauración indirecta. Estos resultados se ven apoyados por análisis de elementos finitos que aseguran que el estrés resultante de la polimerización de una masa de material adherido a una superficie dista mucho de estar dirigido en una sola dirección, independientemente del grosor de la capa (Laughlin GA, Williams JL y Elick D, 2002). Además, la distribución de las fuerzas de contracción en la masa de material no se distribuye uniformemente a lo largo de la interfase y el componente vertical del estrés

de contracción se concentra en la periferia de la interfase adherida (Laughlin GA, Williams JL y Elick D, 2002).

Los valores de estrés son más altos cuanto mayor es el diámetro de la superficie adherida (Witzel MF, Braga RR y Ballester RY, 2005), como ocurre en el cuarto estudio. La contracción radial que sufre el composite adherido a una superficie es mayor cuanto mayor es la distancia del centro a la periferia (Lee IB *et al.*, 2006). Esta es la razón por la que al medir los valores de resistencia adhesiva, la contracción afecta más los márgenes de la restauración en los especímenes donde se mide en todo el área que donde se mide de forma lineal.

La preparación de la superficie dentinaria previamente a la técnica de adhesión afecta la topografía de la superficie, las características de la capa híbrida y en consecuencia los resultados de los valores de resistencia adhesiva alcanzados (Sattabanasuk V *et al.*, 2007). Con respecto a la contracción de polimerización, la relajación del estrés es menos efectiva en zonas donde la interfase es irregular (Barink M *et al.*, 2003). Clínicamente se asperiza la superficie interna de una restauración indirecta con una microarenadora. Esto tiene sus ventajas respecto al aumento de la retención micromecánica, pero es perjudicial para el estrés de contracción que es mucho mayor que el que se concentra en una interfase pulida (Barink M *et al.*, 2003). Es por esto que en el tercer estudio, la superficie interna de los bloques de composite que iban a ser cementados no se chorrearon, sino que nos limitamos a limpiarla con un grabado ácido de 1 minuto antes de lavar y secar convenientemente para después aplicar el adhesivo.

Si la velocidad a la que polimeriza el material es también un factor a tener en cuenta en la generación del estrés, podría pensarse que el uso de materiales como los cementos de resina en versión autopolimerizable o dual serían más favorables a este respecto que los de activación lumínica. Si el proceso sucede más lento, se alarga la fase pre-gel y el cemento tiene la posibilidad de deformarse y aliviar el estrés en una situación ya de por sí comprometida (Kleverlaan CJ y Feilzer AJ, 2005). Sin embargo, cuando se ha estudiado el comportamiento de los cementos autopolimerizables y los duales en ausencia de luz, es cierto que desarrollan un menor estrés de contracción,

pero a costa del compromiso de las propiedades mecánicas del material y del grado de conversión final (Braga RR, Ferracane JL y Condon JR, 2002). Es por esto que en el tercer estudio, donde el cemento de resina retiene las restauraciones indirectas, se fotopolimeriza como indica su uso clínico a pesar de que la luz pueda suponer una variable poco controlada.

4.5 RESULTADOS

Los resultados de todos los trabajos que componen la presente Tesis Doctoral demuestran consistentemente que existen diferencias regionales en la resistencia adhesiva de las resinas compuestas cuando éstas se colocan en un único incremento sobre un área más o menos amplia, tanto si el sustrato es esmalte como dentina. Esta resistencia disminuye del centro a la periferia de la restauración y no está causada por las diferencias histológicas del sustrato. El único material que no cumple con estos resultados es el silorano.

Las diferencias en la resistencia adhesiva según la región de la interfase han sido descritas con anterioridad. En el estudio de Yoshiyama y colaboradores (Yoshiyama M *et al.*, 1996) se adhiere una misma capa de composite a lo largo de un diente desde la dentina coronal a la apical. Encontraron diferencias estadísticamente significativas entre la resistencia adhesiva de las distintas regiones de la dentina, atribuidas a las diferencias en número y diámetro de túbulos dentinarios. El mismo grupo de investigación realizó un estudio similar dos años más tarde, pero esta vez incluyendo el esmalte (Yoshiyama M *et al.*, 1998). Los resultados obtenidos son similares a los de nuestros estudios, ya que la resistencia adhesiva de las zonas centrales de dentina radicular fue significativamente menor a la obtenida en esmalte y dentina apical. La causa de tales hallazgos vuelve a atribuirse a las diferencias en el sustrato de adhesión, a pesar de que se incluya el esmalte. Esto no explica que, en general, los adhesivos consiguen fuerzas de adhesión a esmalte mayores que a dentina, aunque también depende del tipo de adhesivo, ya que con autograbantes puede suceder lo contrario (Krifka S *et al.*, 2008; Cardoso PE *et al.*, 2002; Goracci C *et al.*, 2004).

En otras ocasiones, las diferencias regionales encontradas en la fuerza de adhesión se relacionan con la variabilidad del operador (Shono Y *et al.*, 1999) o el material (Pereira PN *et al.*, 1999; Walter R, Miguez PA y Pereira PN, 2005; Yang B *et al.*, 2006; Proença JP *et al.*, 2007). Con respecto a lo primero, en todos los estudios los especímenes los preparó el mismo operador con el fin de homogeneizar el método todo lo posible. Con respecto a los materiales, los adhesivos de grado ácido total son más sensibles a producir variaciones regionales en la resistencia adhesiva de la interfase que los autograbantes por la eliminación del barrillo dentinario (Pereira PN *et al.*, 1999; Tao L y Pashley DH, 1989). En todas las muestras se utilizó un sistema adhesivo de grabado ácido total. Sólo en el caso del silorano, en el segundo estudio, se utilizó su propio sistema adhesivo, incompatible con otros materiales de restauración, que además es autograbante de dos pasos. Quizás el cambio de adhesivos tuvo alguna repercusión en los resultados obtenidos, pero lo cierto es que debido a la incompatibilidad entre materiales hizo que no fuera posible preparar las muestras siempre con el mismo sistema para disminuir las variables. En el cuarto estudio también se cambió el sistema adhesivo, siendo uno fotopolimerizable en un grupo y uno de activación química en el otro. Sin embargo, no se encontraron diferencias en los resultados de fuerza de adhesión entre ambos grupos.

Existen otros estudios donde también encuentran variaciones en los valores de adhesión según la región de la interfase entre resinas compuestas y dentina. Casi siempre existen diferencias, unas veces estadísticamente significativas (Shono Y *et al.*, 1999; Loguercio AD *et al.*, 2005a) y otras no (Yesilyurt C y Bulucu B, 2006; Pereira PN *et al.*, 1999; Loguercio AD *et al.*, 2005b). Es probable que estas diferencias fueran más notables al aumentar el tamaño del diente, ya que el estrés que desarrolla la resina compuesta al polimerizar depende en gran parte de la masa de material (Watts DC y Satterthwaite JD, 2008). Cuando aumenta el diámetro de la interfase aumenta también el estrés que afecta negativamente a su calidad (Witzel MF *et al.*, 2007; Witzel MF, Braga RR y Ballester RY, 2005; Lee IB *et al.*, 2006), de forma que este efecto será más evidente en especímenes de mayor tamaño (Loguercio AD *et al.*, 2005b). Para acentuar el efecto de la contracción sobre la adhesión y hacer que si hubiera diferencias éstas se

magnificaran todo lo posible, se eligieron los dientes bovinos porque nos ofrecían una superficie de adhesión mucho más amplia que las coronas de molares humanos como se utilizan en otros estudios similares (Yesilyurt C y Bulucu B, 2006; Loguercio AD *et al.*, 2005a).

Lo más habitual es que las diferencias en la resistencia adhesiva en distintas zonas de la interfase se atribuyan a la variabilidad del sustrato, ya que el número y tamaño de túbulos dentinarios condicionan la calidad de adhesión (Phrukkanon S, Burrow MF y Tyas MJ, 1999). Sin embargo, hay estudios donde encuentran diferencias significativas en la resistencia adhesiva de especímenes centrales y periféricos de una misma interfase y lo atribuyen a otras causas (Loguercio AD *et al.*, 2005b). Gamborgi y colaboradores (Gamborgi GP, Loguercio AD y Reis A, 2007) no encontraron diferencias en los resultados de resistencia adhesiva inmediatamente después de la preparación de las muestras entre la periferia y el centro y sí las encontraron al medirlas 6 meses después, supuestamente por la degradación de la interfase sobre la dentina. La difusión del agua en sentido centrípeto puede producir la degradación de la capa híbrida que reduce los valores de resistencia adhesiva en los márgenes de la restauración (Loguercio AD *et al.*, 2005b; Gamborgi GP, Loguercio AD y Reis A, 2007). En base a los resultados de los estudios de esta Tesis, se puede modificar esta teoría y atribuir, aunque fuera parcialmente, este efecto a la contracción de polimerización.

Durante la polimerización del material se produce una interrelación muy compleja entre las fuerzas derivadas de la contracción de polimerización y las de adhesión del material al sustrato dental (Asmussen E y Peutzfeldt A, 1999). Así, el estrés se concentra a nivel de la interfase comprometiendo su integridad tanto de restauraciones directas como indirectas (Ensaff H, O'Doherty DM y Jacobsen PH, 2001; Hübsch PF, Middleton J y Knox J, 2000). La distribución del estrés dependerá tanto de la contracción volumétrica como de las propiedades mecánicas del material (Kahler B, Kotousov A y Borkowski K, 2006), la geometría de la cavidad (Koplin C, Jaeger R y Hahn P, 2009) y las condiciones de adhesión (Versluis A *et al.*, 2004; Asmussen E y Peutzfeldt A, 1999).

Cuando se coloca un material a base de resina compuestas en una cavidad simplemente fluye. Sin embargo, al estar adherido a las paredes cavitarias el material sólo puede fluir en el centro, deformándose la superficie del material en forma de concavidad debido a las fuerzas de contracción transversales (Gonçalves F *et al.*, 2008b; Cho BH *et al.*, 2002). Esta deformación de la cara libre del material aumenta con la anchura cavitaria, o lo que es lo mismo, con la distancia del centro a los márgenes de la restauración (Chuang S, Chang C y Chen TY, 2011). La capacidad de *flow* se dificulta a nivel de las paredes adheridas, haciendo que aumente la concentración de estrés en los extremos de la restauración y a nivel de las paredes cerca de la superficie (Koplin C, Jaeger R y Hahn P, 2009). Estas fuerzas pueden llegar a servir de brazo de palanca que desprende el material de la superficie a la que está adherido (Watts DC, Marouf AS y Al-Hindi AM, 2003) y son las que presumiblemente afectarán la calidad adhesiva de la interfase precisamente en los márgenes de la restauración respecto al centro, hipótesis que ha sido estudiada en diferentes situaciones clínicas y con distintos materiales sobre sustratos dentales diferentes en los estudios que comprenden esta Tesis Doctoral.

Existen estudios de medición del estrés de contracción que demuestran que éste no se distribuye de una forma uniforme a lo largo de la interfase, tanto con análisis de elementos finitos (Ensaff H, O'Doherty DM y Jacobsen PH, 2001; Katona TR y Winkler MM, 1994) como con bandas extensiométricas (Sakaguchi RL y Ferracane JL, 1998) y análisis fotoelásticos (Kinomoto Y y Torii M, 1998). En los primeros, cuando se mide el estrés residual a nivel del margen cavosuperficial, éste se concentra en las zonas más alejadas del centro (Ensaff H, O'Doherty DM y Jacobsen PH, 2001). Análisis fotoelásticos demuestran que el estrés residual en la interfase del suelo pulpar también aumenta con la distancia al centro de la restauración (Katona TR y Winkler MM, 1994). Este efecto es mayor cuando aumenta las dimensiones del espécimen, probablemente porque un mayor volumen de material concentra mayores niveles de estrés (Witzel MF *et al.*, 2007). Esto corrobora los datos obtenidos en esta Tesis, aun siendo que en este tipo de estudios las diferencias en el sustrato no existen y se evalúa el proceso desde un punto de vista más teórico.

Los valores de resistencia adhesiva en las restauraciones indirectas del tercer estudio fueron menores que en las restauraciones directas del segundo. Esto quizás se debe a que la cementación de incrustaciones produce en general un mayor estrés de contracción que los composites de restauración directa (Hübsch PF, Middleton J y Knox J, 2000). Este mayor estrés se traduce en unos resultados peores de resistencia adhesiva por la afectación de la calidad de la interfase, lo que explica también el mayor número de fallos pre-test en el tercer estudio. Además, en estos casos, las propiedades mecánicas del material también se ven afectadas al polimerizar en condiciones restrictivas (Nayif MM *et al.*, 2008b).

Para analizar la distribución de Weibull, los datos PDistance se dividieron en 11 categorías con el fin de tener casos suficientes en cada grupo en el segundo estudio y en porcentajes de distancia en el tercero. La distribución de Weibull del estrés (σ_0) es similar a la de PTens, ya que los valores de este parámetro están asociados a los de fuerza adhesiva. En el centro de la restauración (PDistance=50%) se localiza la máxima fuerza de adhesión y el módulo de Weibull más alto. Este módulo está relacionado con la predictibilidad del comportamiento y el agrupamiento de los resultados PResid. El estrés característico (σ_0) tiene la misma interpretación, pues está directamente relacionado con la fuerza de adhesión. Los resultados se vuelven más inconsistentes a medida que avanzamos a la periferia de la restauración. Este concepto es relativamente novedoso: no sólo decrecen los valores de resistencia adhesiva sino que también disminuye la fiabilidad de los resultados cuando se miden lejos del centro de una masa de material.

Si comparamos los resultados de los grupos donde se adhiere un incremento único y el de los bloques separados, en todos los trabajos existen diferencias estadísticamente significativas en los extremos pero no en el centro. El silorano es el único material que no presenta diferencias en la posición gingival, central e incisal.

4.6 ANÁLISIS DE FRACTURAS Y MANEJO DE LOS DATOS

Con respecto al patrón de fractura, la mayoría de las muestras sometidas a carga presentan una fractura adhesiva (entre el 96 y 96,9%), que es la más frecuente cuando se aplica el test de microtracción (Phrukkanon S, Burrow MF y Tyas MJ, 1998a) siempre que la interfase sea la zona más débil (Tagami J *et al.*, 2010). Sin embargo, si aumentamos el área de la superficie adherida de las muestras por encima de 2 mm², aumenta la frecuencia de fracturas cohesivas (Cardoso PE *et al.*, 2002), sobre todo en barras de sección cuadrangular (Phrukkanon S, Burrow MF y Tyas MJ, 1998b). Probablemente no hubiéramos encontrado este tipo de fracturas si hubiéramos redondeado la interfase, a pesar de que todos los especímenes presentan defectos estructurales por la manipulación previa al test de microtracción, tanto si el sustrato es esmalte como dentina (Ferrari M *et al.*, 2002).

En todos nuestros estudios se ha tenido en cuenta los fallos pre-test, ya que pueden dar una valiosa información. Éstos aparecían principalmente en los extremos de la variable PDistance. Muchas de las muestras se perdieron durante el proceso de corte, probablemente debido a las oscilaciones de la banda de la cortadora que producía más tensión en las ya debilitadas interfases. Una pequeña cantidad de muestras se perdieron durante la manipulación antes de realizar el test de microtracción, y también fueron más frecuentes aquellas alejadas del centro. Sin embargo, los fallos pre-test no han sido incluidos en el estudio estadístico por dos razones:

Primero, porque asignarles un valor arbitrario (normalmente cero) puede inducir a error. Existen estudios donde lo hacen así (Shono Y *et al.*, 1999), aunque no sea una asunción del todo correcta, ya que las muestras se rompen en diferentes etapas de la preparación de las muestras. Serán por tanto valores bajos, pero no igual a cero (Ilie N, Kunzelmann K-H, Hickel R, 2006). Sin embargo, hay autores que defienden que no incluir los especímenes que sufren un fallo pre-test en el estudio estadístico y por tanto sólo tener en cuenta los que tienen mayores valores de adhesión hace que se obtengan resultados engañosos (Phrukkanon S, Burrow MF y Tyas MJ, 1998a).

En segundo lugar, incluir estos valores tan bajos en el análisis podría denotar que se consideran valores esperados. La media de los valores PTens no es cero, y los valores de los extremos, aquellos a los que están asociados los fallos pre-test, están lejos de eso. Los especímenes perdidos están relacionados con las situaciones de máximo estrés (en los extremos

de la interfase), ya que en estos casos se alcanza una menor adhesión al sustrato dental (Ilie N, Kunzelmann K-H, Hickel R, 2006).

1. La calidad de la interfase de las resinas compuestas se ve afectada por la distancia al centro de la masa de material, siendo significativamente peor a medida que nos alejamos del centro en restauraciones directas, tanto si se adhieren a esmalte como a dentina.
2. El anterior efecto descrito no ocurre con los siloranos, materiales con una baja contracción volumétrica y propiedades físico-mecánicas distintas a las resinas compuestas convencionales.
3. Los cementos a base de resinas compuestas que retienen restauraciones indirectas sufren el mismo efecto de la distancia al centro en la calidad adhesiva de la interfase.
4. Las diferencias histológicas en el sustrato dental no justifican las alteraciones en la calidad adhesiva de la interfase, ya que no existen diferencias estadísticamente significativas en la resistencia adhesiva de los grupos control donde el material se adhiere en bloques separados, donde el efecto de la distancia no se pone de manifiesto.
5. El efecto de la luz en los materiales fotopolimerizables tampoco es responsable de los resultados, ya que los materiales de polimerización química siguen el mismo patrón que los de activación lumínica.
6. El test de microtracción es un método válido para valorar la relación entre la resistencia adhesiva y la contracción de polimerización de las resinas compuestas.

Alster D, Feilzer AJ, De Gee A, Mol A, Davidson CL The dependence of shrinkage reduction on porosity concentration in thin resin layers. *J Dent Res* 1992; 71(9): 1619-1622.

Alster D, Venhoven BAM, Feilzer AJ, Davidson CL Influence of compliance of the substrate materials on polymerization contraction stress in thin resin composite layers. *Biomaterials* 1997a; 18(4): 337-341.

Alster D, Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL Polymerization contraction stress in thin resin composite layers as a function of layer thickness. *Dent Mater* 1997b; 13(3): 146-150.

Alster D, Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL Tensile strength of thin resin composite layers as a function of layer thickness. *J Dent Res* 1995; 74(11): 1745-1748.

Álvarez-Gayosso C, Barceló-Santana F, Guerrero-Ibarra J, Sáez-Espínola G, Canseco-Martínez MA Calculation of contraction rates due to shrinkage in light-cured composites. *Dent Mater* 2004; 20(3): 228-235.

Amirouche-Korichi A, Mouzali M, Watts DC Effects of monomer ratios and highly radioaque fillers on degree of conversion and shrinkage-strain of dental resin. *Dent Mater* 2009; 25(11): 1411-1418.

Anttila EJ, Krintilä OH, Laurila TK, Lassila LVJ, Vallittu PK, Hernberg RGR Effect of polymerization shrinkage and hygroscopic expansion of fiber-reinforced biocomposites using optical fiber Bragg grating sensors. *Dent Mater* 2008; 24(12): 1720-1727.

Anusavice KJ Informatics systems to assess and apply clinical research on dental restorative materials. *Adv Dent Res* 2003; 17(1): 43-48.

Armstrong S, Geraldini S, Maia R, Raposo LHA, Soares CJ, Yamagawa J Adhesion to tooth structure: A critical review of "micro" bond strength test methods. *Dent Mater* 2010; 26(2): e50-62.

Asmussen E, Peutzfeldt A Direction of shrinkage of light-curing resin composites. *Acta Odontol Scand* 1999; 57(6): 310-315.

Atai M, Watts DC A new kinetic model for the photopolymerization shrinkage-strain of dental composites and resin-monomers. *Dent Mater* 2006; 22(8): 785-791.

Atai M, Watts DC, Atai Z Shrinkage strain-rates of dental resin-monomer and composite systems. *Biomaterials* 2005; 26(24): 5015-5020.

Barink M, Van der Mark PCP, Fennis WMM, Kuijs RH, Kreulen CM, Verdonchot N A three-dimensional finite element model of the polymerization process in dental restorations. *Biomaterials* 2003; 24(8): 1427-1435.

Baroudi K, Saleh AM, Silikas N, Watts DC Shrinkage behaviour of flowable resin-composites related to conversion and filler fraction. *J Dent* 2007; 35(8): 651-655.

Barszczewska-Rybarek IM Structure-property relation-ships in dimethacrilate networks based on Bis-GMA, UDMA and TEGDMA. *Dent Mater* 2009; 25(9): 1082-1089.

Bausch JR, de Lange K, Davidson CL, Peters A, de Gee AJ Clinical significance of polymerization shrinkage of composite resins. *J Prosthet Dent* 1982; 48(1): 59-67.

Boaro LC, Gonçalves F, Guimarães TC, Ferracane JL, Versluis A, Braga RR Polymerization stress, shrinkage and elastic modulus of current low-shrinkage restorative composites. *Dent Mater* 2010; 26(12): 1144-1150.

Bolhuis PB, de Gee AJ, Kleverlaan CJ, El Zohairy AA, Feilzer AJ Contraction stress and bond strength to dentin for compatible and incompatible combinations of bonding systems and chemical and light-cured core build-up resin composites. *Dent Mater* 2006; 22(3): 223-233.

Bouillaguet S, Gamba J, Forchelet J, Krejci I, Wataha JC Dynamics of composite polymerization mediates the development of cuspal strain. *Dent Mater* 2006; 22(10): 896-902.

Boulden JE, Cramer NB, Schrek KM, Couch CL, Bracho-Troconis C, Stansbury JW, Bowman CN Thiol-ene-methacrilate composites as dental restorative materials. *Dent Mater* 2011; 27(3): 267-272.

Bouschlicher MR, Vargas MA, Boyer DB Effect of composite type, light intensity, configuration factor and laser polymerization on polymerization contraction forces. *Am J Dent* 1997; 10(2): 88-96.

Bowen RL Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues VI. Forces developing in direct-filling materials during hardening. *JADA* 1967; 74(3): 439-445.

Bowen RL inventor Method of preparing a monomer having phenoxy and methacrilate groups linked by hydroxy glyceryl groups. US patent 3, 179, 623, 1965.

Bowen RL, Marjenhoff WA Dental composites/glass ionomers: the materials. *Adv Dent Res* 1992; 6(1): 44-49.

Braga RR, Ballester RY, Ferracane JL Factors involved in the development of polymerization shrinkage stress in resin-composites: a systematic review. *Dent Mater* 2005; 21: 962-970.

Braga RR, Boaro LC, Kuroe T, Azevedo CL, Singer JM Influence of cavity dimensions and their derivatives (volume and 'C' factor) on shrinkage stress development and microleakage of composite restorations. *Dent Mater* 2006; 22(9): 818-823.

Braga RR, Ferracane JL, Condon JR Polymerization contraction stress in dual-cure cements and its effect on interfacial integrity of bonded inlays. *J Dent* 2002; 30(7-8): 333-340.

Braga RR, Ferracane JL Contraction stress related to degree of conversion and reaction kinetics. *J Dent Res* 2002; 81(2): 114-118.

Braga RR, Hilton TJ, Ferracane JL Contraction stress of flowable composite materials and their efficacy as stress-relieving layers. *JADA* 2003; 134(6): 721-728.

Burrow MF, Thomas D, Swain MVB, Tyas MJ Analysis of tensile bond strengths using Weibull statistics. *Biomaterials* 2004; 25(20): 5031-5035.

Cadenaro M, Biasotto M, Scuor N, Breschi L, Davidson CL, Di Lenarda R Assessment of polymerization contraction stress of three composite resins. *Dent Mater* 2008; 24(5): 681-685.

Cadenaro M, Marchesi G, Antonioli F, Davidson C, De Estefano Dorigo E, Breschi L Flowability of composites is no guarantee for contraction stress reduction. *Dent Mater* 2009; 25(5): 649-654.

Calheiros FC, Braga RR, Kawano Y, Ballester RY Relationship between contraction stress and degree of conversion in restorative composites. *Dent Mater* 2004a; 20(10): 939-946.

Calheiros FC, Sadek FT, Braga RR, Cardoso PE Polymerization contraction stress of low-shrinkage composites and its correlation with microleakage in class V restorations. *J Dent* 2004b; 32(5): 407-412.

Camargo MA, Marques MM, de Cara AA Morphological analysis of human and bovine dentine by scanning electron microscope investigation. *Arch Oral Biol* 2008; 53(2): 105-108.

Cardoso PE, Sadek FT, Goracci C, Ferrari M Adhesion testing with the microtensile method: effects of dental substrate and adhesive system on bond strength measurements. *J Adhes Dent* 2002; 4(4): 291-297.

Carvalho RM, Santiago SL, Fernandes CA, Suh BI, Pashley DH Effects of prism orientation on tensile strength of enamel. *J Adhes Dent* 2000; 2(4): 251-257.

Charton C, Falk V, Marchal P, Pla F, Colon P Influence of T_g, viscosity and chemical structure of monomers on shrinkage stress in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Dent Mater* 2007; 23(11): 1447-1459.

Charton C, Colon P, Pla F Shrinkage stress in light-cured composite resins: influence of material and photoactivation mode. *Dent Mater* 2007; 23(8): 911-920.

Cho BH, Dickens SH, Bae JH, Chang CG, Son HH, Um CH Effect of interfacial bond quality on the direction of polymerization shrinkage flow in resin composite restorations. *Oper Dent* 2002; 27(3): 297-304.

Choi KK, Condon JR, Ferracane JL The effects of adhesive thickness on polymerization contraction stress of composite. *J Dent Res* 2000; 79(3): 812-817.

Chuang S, Chang C, Chen TY Spatially resolved assessments of composite shrinkage in MOD restorations using a digital-image-correlation technique. *Dent Mater* 2011; 27(2): 134-143.

Cramer NB, Couch CL, Schrek KM, Boulden JE, Wydra R, Stansbury JW, Bowman CN Properties of methacrilate-thiol-ene formulations as dental restorative materials. *Dent Mater* 2010; 26(8): 799-806.

Cunha LG, Alonso RC, Pfeifer CS, Correr-Sobrinho L, Ferracane JL, Sinhoreti MA Modulated photoactivation methods. Influence on contraction stress, degree of conversion and push-out bond strength of composite restoratives. *J Dent* 2007; 35(4): 318-324.

Dauvillier BS, Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL Visco-elastic parameters of dental restorative materials during setting. *J Dent Res* 2000; 79(3): 818-823.

Davidson CL, de Gee AJ Relaxation of polymerization contraction stresses by flow in dental composites. *J Dent Res* 1984; 63(2): 146-148.

Davidson CL, de Gee AJ, Feilzer AJ The competition between the composite-dentin bond strength and the polymerization contraction stress. *J Dent Res* 1984; 63(12): 1396-1399.

Davidson CL, Van Zeghbroeck L, Feilzer AJ Destructive stress in adhesive luting cements. *J Dent Res* 1991; 70(5): 880-882.

De Gee AJ, Davidson CL A modified dilatometer for continuous recording of volumetric polymerization shrinkage of composite restorative materials. *J Dent* 1981; 9(1): 36-42.

De Gee AJ, Feilzer AJ, Davidson CL True linear polymerization shrinkage of unfilled resins and composites determined with a linometer. *Dent Mater* 1993; 9(1): 11-14.

De Jager N, Pallav P, Feilzer AJ Finite element analysis model to simulate the behavior of luting cements during setting. *Dent Mater* 2005; 21(11): 1025-1032.

Deb S, Di Silvio L, Mackler HE, Millar BJ Pre-warming of dental composites. *Dent Mater* 2011; 27(4): e51-e59.

Dewaele M, Truffier-Boutry D, Devaux J, Leloup G Volume contraction in photocured dental resins: the shrinkage-conversion relationship revisited. *Dent Mater* 2006; 22(4): 359-365.

Duarte S Jr, Phark J, Varjão FM, Sadan A Nanoleakage, ultramorphological characteristics, and microtensile bond strengths of a new low-shrinkage composite to dentin after artificial aging. *Dent Mater* 2009; 25(5): 589-600.

El Zohairy AA, de Gee AJ, de Jager N, van Ruijven LJ, Feilzer AJ The influence of specimen attachment and dimension on microtensile strength. *J Dent Res* 2004; 83(5): 420-424.

Elhejazi AA The effects of temperature and light intensity on the polymerization shrinkage of light-cured composite filling materials. *J Contemp Dent Pract* 2006; 7(3): 12-21.

Ensaiff H, O'Doherty DM, Jacobsen PH The influence of the restoration-tooth interface in light cured composite restorations: a finite element analysis. *Biomaterials* 2001; 22(23): 3097-3103.

Escribano NI, Del-Nero MO, Macorra JC Inverse relationship between tensile bond strength and dimensions of bonded area. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2003; 66(1): 419-424.

Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL Curing contraction of composites and glass-ionomer cements. *J Prosthet Dent* 1988; 59(3): 297-300.

Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL Increased wall-to-wall curing contraction in thin bonded resin layers. *J Dent Res* 1989; 68(1): 48-50.

Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL Quantitative determination of stress reduction by flow in composite restorations. *Dent Mater* 1990a; 6(3): 167-171.

Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL Relaxation of polymerization contraction shear stress by hygroscopic expansion. *J Dent Res* 1990b; 69(1): 36-39.

Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration. *J Dent Res* 1987; 66(11): 1636-1639.

Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL Setting stresses in composites for two different curing modes. *Dent Mater* 1993; 9(1): 2-5.

Feng L, Suh BI, Shortall AC Formation of gaps at the filler-resin interface induced by polymerization contraction stress: Gaps at the interface. *Dent Mater* 2010; 26(8): 719-729.

Ferracane JL Developing a more complete understanding of stresses produced in dental composites during polymerization. *Dent Mater* 2005; 21(1): 36-42.

Ferracane JL Resin composite – State of the art. *Dent Mater* 2011; 27(1): 29-38.

Ferrari M, Goracci C, Sadek F, Cardoso PEC Microtensile bond strength tests: scanning electron microscopy evaluation of sample integrity before testing. *Eur J Oral Sci* 2002; 110(5): 385-391.

Gamborgi GP, Loguercio AD, Reis A Influence of enamel border and regional variability on durability of resin-dentin bonds. *J Dent* 2007; 35(5): 371-376.

Ghassemieh E Evaluation of sources of uncertainties in microtensile bond strength of dental adhesive system for different specimen geometries. *Dent Mater* 2008; 24(4): 536-547.

Giannini M, Carvalho RM, Martins LRM, Tias CTS, Pashley DH The influence of tubule density and area of solid dentin on bond strength of two adhesive systems to dentin. *J Adhes Dent* 2001; 3(4): 315-324.

Giannini M, Soares CJ, Carvalho RM Ultimate tensile strength of tooth structures. *Dent Mater* 2004; 20(4): 322-329.

Gonçalves F, Pfeifer CCS, Stansbury JW, Newman SM, Braga RR Influence of matrix composition on polymerization stress development of experimental composites. *Dent Mater* 2010; 26(7): 697-703.

Gonçalves F, Kawano Y, Braga RR Contraction stress related to composite inorganic content. *Dent Mater* 2010; 26(7): 704-709.

Gonçalves F, Pfeifer CS, Ferracane JL, Braga RR Contraction stress determinants in dimethacrylate composites. *J Dent Res* 2008a; 87(4): 367-371.

Gonçalves F, Pfeifer CSC, Meira JBC, Ballester RY, Lima RG, Braga RR Polymerization stress of resin composites as a function of system compliance. *Dent Mater* 2008b; 24(5): 645-652.

Goracci C, Sadek FT, Monticelli F, Cardoso PEC, Ferrari M Influence of substrate, shape and thickness on microtensile specimens' structural integrity and their measured bond strengths. *Dent Mater* 2004; 20(7): 643-654.

Griffith AA The phenomena of rupture and flow in solids. *Phil Trans R Soc Lond*, 1920; A221: 168-198.

Hadis MA, Tomlins PH, Shortall AC, Palin WM Dynamic monitoring of refractive index change through photoactive resins. *Dent Mater* 2010; 26(11): 1106-1112.

Hannig M, Friedrichs C Comparative in vivo and in vitro investigation of interfacial bond variability. *Oper Dent* 2001; 26(1): 3-11.

Hartwig A Influence of moisture present during polymerisation on the properties of a photocured epoxy resin. *Int J of Adhesion & Adhesives* 2002; 22(5): 409-414.

Hashimoto M, de Gee AJ, Feilzer AJ Polymerization contraction stress in dentin adhesives bonded to dentin and enamel. *Dent Mater* 2008; 24(10): 1304-1310.

Hashimoto M, de Gee AJ, Kaga M, Feilzer AJ Contraction stress in dentin adhesives bonded to dentin. *J Dent Res* 2006; 85(8): 728-732.

Hashimoto M, Nakamura K, Feilzer AJ Polymerization contraction stress in resin-tooth bonds under hydrated and dehydrated conditions. *Dent Mater* 2009; 25(7): 852-856.

Hübsch PF, Middleton J, Knox J A finite element analysis of the stress at the restoration-tooth interface, comparing inlays and bulk fillings. *Biomaterials* 2000; 21(10): 1015-1019.

Huo B An inhomogeneous and anisotropic constitutive model of human dentin. *J Biomechanics* 2005; 38(3): 587-594.

Ilie N, Hickel R Macro-, micro- and nano-mechanical investigations on silorane and methacrylate-based composites. *Dent Mater* 2009; 25(6): 810-819.

Ilie N, Jelen E, Clementino-Luedemann T, Hickel R Low shrinkage composite for dental application. *Dent Mater J* 2007; 26(2): 149-155.

Ilie N, Kunzelmann K-H, Hickel R Evaluation of microtensile bond strengths of composite materials in comparison to their polymerization shrinkage. *Dent Mater* 2006; 22(7): 593-601.

Jörgensen KD, Asmussen E, Shimokobe H Enamel damages caused by contracting restorative resins. *Scand J Dent Res* 1975; 83(2): 120-122.

Kahler B, Kotousov A, Borkowski K Effect of material properties on stresses at the restoration-dentin interface of composite restorations during polymerization. *Dent Mater* 2006; 22(10): 942-947.

Kakaboura A, Rahiotis C, Watts D, Silikas N, Eliades G 3D-marginal adaptation versus setting shrinkage in light-cured microhybrid resin composites. *Dent Mater* 2007; 23(3): 272-278.

Kanca J III, Suh BI Pulse activation: reducing resin-based composite contraction stresses at the enamel cavosurface margins. *Am J Dent* 1999; 12(3): 107-112.

Katona TR, Winkler MM Stress analysis of a bulk-filled class V light-cured composite restoration. *J Dent Res* 1994; 73(8): 1470-1477.

Kim LU, Kim JW, Kim CK Effects of molecular structure of the resins on the volumetric shrinkage and the mechanical strength of dental restorative composites. *Biomacromolecules* 2006; 7(9): 2680-2687.

Kim MH, Min SH, Ferracane J, Lee IB Initial dynamic viscoelasticity change of composites during light curing. *Dent Mater* 2010; 26(5): 463-470.

Kinomoto Y, Torii M Photoelastic analysis of polymerization contraction stresses in resin composite restorations. *J Dent* 1998; 26(2): 165-171.

Kinomoto Y, Torii M, Takeshige F, Ebisu S Comparison of polymerization contraction stresses between self- and light-curing composites. *J Dent* 1999; 27(7): 383-389.

Kleverlaan CJ, Feilzer AJ Polymerization shrinkage and contraction stress of dental resin composites. *Dent Mater* 2005; 21(12): 1150-1157.

Koplin C, Jaeger R, Hahn P A material model for internal stress of dental composites caused by curing process. *Dent Mater* 2009; 25(3): 331-338.

Krifka S, Börzsönyi A, Koch A, Hiller K-A, Schmaltz G, Friedl K-H Bond strength of adhesive systems to dentin and enamel—Human vs. bovine primary teeth in vitro. *Dent Mater* 2008; 24(7): 888-894.

Kurokawa R, Finger WJ, Hoffmann M, Endo T, Kanehira M, Komatsu M, Manabe A Interactions of self-etch adhesives with resin composites. *J Dent* 2007; 35(12): 923-929.

Labella R, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Vanherle G Polymerization shrinkage and elasticity of flowable composites and filled adhesives. *Dent Mater* 1999; 15(2): 128-137.

Laughlin GA, Williams JL, Eick D The influence of system compliance and sample geometry on composite polymerization shrinkage stress. *J Biomed Mater Res (Appl Biomater)* 2002; 63(5): 671-678.

Lee IB, Cho BH, Son HH, Um CM A new method to measure the polymerization shrinkage kinetics of light cured composites. *J Oral Rehab* 2005; 32(4): 304-314.

Lee IB, Cho BH, Son HH, Um CM, Lim BS The effect of consistency, specimen geometry and adhesion on the axial polymerization shrinkage measurement of light cured composites. *Dent Mater* 2006; 22(11): 1071-1079.

Lee SY, Park SH Correlation between the amount of linear polymerization shrinkage and cuspal deflection. *Oper Dent* 2006; 31(3): 364-370.

Li J, Li H, Fok ASL, Watts DC Multiple correlations of material parameters of light-cured dental composites. *Dent Mater* 2009; 25(7): 829-836.

Lien W, Vandewalle KS Physical properties of a new silorane-based restorative system. *Dent Mater* 2010; 26(4): 337-344.

Loguercio AD, Reis A, Schroeder M, Balducci I, Versluis A, Ballester RY Polymerization shrinkage: effects of boundary conditions and filling technique of resin composite restorations. *J Dent* 2004a; 32(6): 459-470.

Loguercio AD, Reis A, Ballester RY Polymerization shrinkage: effects of constraint and filling technique in composite restorations. *Dent Mater* 2004b; 20(3): 236-243.

Loguercio AD, Pereira Barroso L, Miranda Grande RH, Reis A Comparison of intra- and intertooth resin-dentin bond strength variability. *J Adhes Dent* 2005a; 7(2): 151-158.

Loguercio AD, Uceda-Gomez N, Rocha de Oliveira Carrilho M, Reis A Influence of specimen size and regional variation on long-term resin-dentin bond strength. *Dent Mater* 2005b; 21(3): 224-231.

Loughran GM, Versluis A, Douglas WH Evaluation of sub-critical fatigue crack propagation in a restorative composite. *Dent Mater* 2005; 21(3): 252-261.

Lu H, Carioscia JA, Stansbury JW, Bowman CN Investigations of step-growth thiol-ene polymerizations for novel dental restoratives. *Dent Mater* 2005; 21(12): 1129-1136.

Lutz F, Krejci I, Oldenburg TR Improved proximal margin adaptation of Class II composite resin restorations by use of light-reflecting wedges. *Quint Int* 1986; 17(10): 659-664.

Magne P, Oganessian T CT scan-based finite element analysis of premolar cuspal deflection following operative procedures. *Int J Periodontics Restorative Dent* 2009; 29(4): 361-369.

Marchesi G, Breschi L, Antonioli F, Di Lenarda R, Ferracane J, Cadenaro M Contraction stress of low-shrinkage composite materials assessed with different testing systems. *Dent Mater* 2010; 26(10): 947-953.

Meira JBC, Braga RR, Ballester RY, Tanaka CB, Versluis A Understanding contradictory data in contraction stress tests. *J Dent Res* 2011; 90(3): 365-370.

Meira JBC, Braga RR, de Carvalho ACP, Rodrigues FP, Xavier TA, Ballester RY Influence of local factors on composite shrinkage stress development- a finite element analysis. *J Adhes Dent* 2007; 9(6): 499-503.

Mesquita RV, Axmann D, Geis-Gerstorfer J Dynamic visco-elastic properties of dental composite resins. *Dent Mater* 2006; 22(3): 258-267.

Miguel A, Macorra JC A predictive formula of the contraction stress in restorative and luting materials attending to free and adhered surfaces, volume and deformation. *Dent Mater* 2001; 17(3): 241-246.

Miletic V, Santini A, Trkulja I Quantification of monomer elution and carbon-carbon double bonds in dental adhesive systems using HPLC and micro-Raman spectroscopy. *J Dent* 2009; 37(3): 177-184.

Min S, Ferracane J, Lee I Effect of shrinkage strain, modulus, and instrument compliance on polymerization shrinkage stress of light-cured composites during the initial curing stage. *Dent Mater* 2010; 26(10): 1024-1033.

Miyasaka T, Okamura H Dimensional change measurements of conventional and flowable composite resins using a laser displacement sensor. *Dent Mater J* 2009; 28(5): 544-551.

Moszner N, Saltz U New developments of polymeric dental composites. *Prog Polym Sci* 2001; 26(4): 535-576.

Nayif MM, Nakajima M, Foxton RM, Tagami J Bond strength and ultimate tensile strength of resin composite filled into dentine cavity; effect of bulk and incremental filling technique. *J Dent* 2008a; 36(3): 228-234.

Nayif MM, Nakajima M, Aksornmuang J, Ikeda M, Tagami J Effect of adhesion to cavity walls on the mechanical properties of resin composites. *Dent Mater* 2008b; 24(1): 83-89.

Nikaido T, Kunzelmann KH, Chen H, Ogata M, Harada N, Yamaguchi S, Cox CF, Hickel R, Tagami J Evaluation of thermal cycling and mechanical loading on bond strength of a self-etching primer system to dentin. *Dent Mater* 2002; 18(3): 269-275.

Oliveira LC, Duarte S Jr, Araujo CA, Abrahão A Effect of low-elastic modulus liner and base as stress-absorbing layer in composite resin restorations. *Dent Mater* 2010; 26(3): e159-169.

Palin WM, Fleming GJP, Nathwani H, Burke FJT, Randall RC In vitro cuspal deflection and microleakage of maxillary premolars restored with novel low-shrink dental composites. *Dent Mater* 2005; 21(4): 324-335.

Papadogiannis D, Kakaboura A, Palaghias G, Eliades G Setting characteristics and cavity adaptation of low-shrinking resin composites. *Dent Mater* 2009; 25(12): 1509-1516.

Park J, Chang J, Ferracane J, Lee IB How should composite be layered to reduce shrinkage stress: incremental or bulk filling? *Dent Mater* 2008; 24(11): 1501-1505.

Park JW, Ferracane JL Measuring the residual stress in dental composites using a ring slitting method. *Dent Mater* 2005; 21(9): 882-889.

Park JW, Ferracane JL Residual stress in composites with thin-ring-slitting approach. *J Dent Res* 2006; 85(10): 945-949.

Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, Fernandes CA, Tay F The microtensile bond test: A review. *J Adhes Dent* 1999 1(4): 299-309.

Pereira PN, Okuda M, Sano H, Yoshikawa T, Burrow MF, Tagami J Effect of intrinsic wetness and regional difference on dentin bond strength. *Dent Mater* 1999; 15(1): 46-53.

Pereira SG, Fulgêncio R, Nunes TG, Toledano M, Osorio R, Carvalho RM Effect of curing protocol on the polymerization of dual-cured resin cements. *Dent Mater* 2010; 26(7): 710-718.

Petrovic LM, Atanackovic TM A model for shrinkage strain in photo polymerization of dental composites. *Dent Mater* 2008; 24(4): 556-560.

Petrovic LM, Drobac MR, Stojanac IL, Atanackovic TM A method of improving marginal adaptation by elimination of singular stress point in composite restorations during resin photo-polymerization. *Dent Mater* 2010; 26(5): 449-455.

Peutzfeldt A Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci* 1997; 105(2): 97-116.

Peutzfeldt A, Asmussen E Determinants of in vitro gap formation of resin composites. *J Dent* 2004; 32(2): 109-115.

Pfeifer CS, Ferracane JL, Sakaguchi RL, Braga RR Factors affecting photopolymerization stress in dental composites. *J Dent Res* 2008; 87(11): 1043-1047.

Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MF Effect of cross-sectional surface area on bond strength between resin and dentin. *Dent Mater* 1998a; 14(2): 120-128.

Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MF The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. *Dent Mater* 1998b; 14(3): 212-221.

Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ The effect of dentin location and tubule orientation on the bond strength between resin and dentin. *J Dent* 1999; 27(4): 265-274.

Proença JP, Polido M, Osorio E, Erhardt MCG, Aguilera FS, Garcia-Godoy F, Osorio R, Toledano M Dentin regional bond strength of self-etch and total-etch adhesive systems. *Dent Mater* 2007; 23(12): 1542-1548.

Ratih D, Palamara JEA, Messer HH Dentinal fluid flow and cuspal displacement in response to resin composite restorative procedures. *Dent Mater* 2007; 23(11): 1405-1411.

Reis AF, Giannini M, Kavaguchi A, Soares CJ, Line SRP Comparison of microtensile bond strength to enamel and dentin of human, bovine and porcine teeth. *J Adhes Dent* 2004; 6(2): 117-121.

Rodrigues Jr SA, Zanchi CH, de Carvalho RV, Demarco FF Flexural strength and modulus of elasticity of different types of resin-based composite. *Braz Oral Res* 2007; 21(1): 16-21.

Rüttermann S, Dluzhevskaya I, Großsteinbeck C, Raab WHM, Janda R Impact of replacing Bis-GMA and TEGDMA by other commercially available monomers on the properties of resin-based composites. *Dent Mater* 2010; 26(4): 353-359.

Sakaguchi RL, Ferracane JL Stress transfer from polymerization shrinkage of a chemical-cured composite bonded to a pre-cast composite substrate. *Dent Mater* 1998; 14(2): 106-111.

Sakaguchi RL, Sasik CT, Bunczak MA, Douglas WH Strain gauge method for measuring polymerization contraction of composite restoratives. *J Dent* 1991; 19(5): 312-316.

Sakaguchi RL, Wiltbank BD, Shah NC Critical configuration analysis of four methods for measuring polymerization shrinkage strain of composites. *Dent Mater* 2004; 20(4): 388-396.

Sakaguchi RL, Wiltbank BD, Murchison CF Contraction force rate of polymer composites is linearly correlated with irradiance. *Dent Mater* 2004a; 20(4): 402-407.

Sakaguchi RL, Wiltbank BD, Murchinson CF Prediction of composite elastic modulus and polymerization shrinkage by computational micromechanics. *Dent Mater* 2004b; 20(4): 397-401.

Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, Pashley DH Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength - Evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater* 1994; 10(4): 236-240.

Santini A, Miletic V Comparison of the hybrid layer formed by silorane adhesive, one-step self-etch and etch and rinse systems using confocal micro-Raman spectroscopy and SEM. *J Dent* 2008; 36(9): 683-691.

Sarrett DC Clinical challenges and the relevance of materials testing for posterior composite restorations. *Dent Mater* 2005; 21(1): 9-20.

Sattabanasuk V, Vachiramon V, Qian F, Armstrong SR Resin-dentin bond strength as related to different surface preparation methods. *J Dent* 2007; 35(6): 467-475.

Satterthwaite JD, Vogel K, Watts DC Effect of resin-composite filler particle size and shape on shrinkage-strain. *Dent Mater* 2009; 25(12): 1612-1615.

Schilke R, Lisson JA, Bauß O, Geurtsen W Comparison of the number and diameter of dentinal tubules in human and bovine dentine by scanning electron microscopic investigation. *Arch Oral Biol* 2000; 45(5): 355-361.

Schneider LF, Cavalcante LM, Silikas N Shrinkage stresses generated during resin-composite applications: a review. *J Dent Biomechanics* 2010; doi: 10.4061/2010/131630.

Schneider LF, Pfeifer CS, Consani SA, Pahl SA, Ferracane JL Influence of photoinitiator type on the rate of polymerization, degree of conversion, hardness and yellowing of dental resin composites. *Dent Mater* 2008; 24(9): 1169-1177.

Shimada Y, Tomimatsu N, Suzuki T, Uzzaman MA, Burrow MF, Tagami J Shear bond strength of tooth-colored indirect restorations bonded to coronal and cervical enamel. *Oper Dent* 2005; 30(4): 468-473.

Shono Y, Ogawa T, Terashita M, Carvalho RM, Pashley EL, Pashley DH Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. *J Dent Res* 1999; 78(2): 699-705.

Shono Y, Terashita M, Pashley EL, Brewer PD, Pashley DH Effects of cross-sectional area on resin-enamel tensile bond strength. *Dent Mater* 1997; 13(5): 290-296.

Smith DL, Schoonover IC Direct filling resins: dimensional changes resulting from polymerization shrinkage and water sorption. *JADA* 1953; 46(5): 540-544.

Soares CJ, Soares PV, Santos-Filho PCF, Armstrong SR Microtensile specimen attachment and shape - finite element analysis. *J Dent Res* 2008; 87(1): 89-93.

Spinell T, Schedle A, Watts DC Polymerization shrinkage kinetics of dimethacrilate resin-cements. *Dent Mater* 2009; 25(8): 1058-1066.

Stansbury JW, Trujillo-Lemon M, Lu H, Ding X, Lin Y, Ge J Conversion-dependent shrinkage stress and strain in dental resins and composites. *Dent Mater* 2005; 21(1): 56-67.

Sun J, Eidelman N, Lin-Gibson S 3D mapping of polymerization shrinkage using X-ray micro-computed tomography to predict microleakage. *Dent Mater* 2009; 25(3): 314-320.

Tagami J, Nikaido T, Nakajima M, Shimada Y Relationship between bond strength tests and other in vitro phenomena. *Dent Mater* 2010; 26(2): e94-99.

Tantbirojn D, Versluis A, Pintado MR, DeLong R, Douglas WH Tooth deformation patterns in molars after composite restorations. *Dent Mater* 2004; 20(6): 535-542.

Tao L, Pashley DH The relationship between dentin bond strengths and dentin permeability [Publicación periódica] // *Dent Mater*. - 1989. - Vol. 5. - págs. 133-9.

Truffier-Boutry D, Demoustier-Champagne S, Devaux J, Biebuyck JJ, Mestdagh M, Larbanos P, Leloup G A physico-chemical explanation of the post-polymerization shrinkage in dental resins. *Dent Mater* 2006; 22(5): 405-412.

Van Dijken JWV Durability of resin composite restorations in high C-factor cavities: A 12-year follow-up. *J Dent* 2010; 38(6): 469-474.

Venhoven BAM, de Gee AJ, Davidson CL Light initiation of dental resins: dynamics of the polymerization. *Biomaterials* 1996; 17(24): 2313-2318.

Versluis A, Douglas WH, Cross M, Sakaguchi RL Does an incremental filling technique reduce polymerization shrinkage stress? *J Dent Res* 1996; 75(3): 871-878.

Versluis A, Tantbirojn D, Pintado MR, DeLong R, Douglas WH Residual shrinkage stress distributions in molar after composite restoration. *Dent Mater* 2004; 20(6): 554-564.

Versluis A, Tantbirojn D, Douglas WH Distribution of transient properties during polymerization of a light-initiated restorative composite. *Dent Mater* 2004; 20(6): 543-553.

Versluis A, Tantbirojn D, Douglas WH Do dental composites always shrink toward the light? *J Dent Res* 1998; 77(6): 1435-1445.

Versluis A, Tantbirojn D, Lee MS, Tu LS, DeLong R Can hygroscopic expansion compensate polymerization shrinkage? Part I. Deformation of restored teeth. *Dent Mater* 2011; 27(2): 126-133.

Visvanathan A, Ilie N, Hickel R, Kunzelmann K-H The influence of curing times and light curing methods on the polymerization shrinkage stress of a shrinkage-optimized composite with hybrid-type prepolymer fillers. *Dent Mater* 2007; 23(7): 777-784.

Walter R, Miguez PA, Pereira PNR Microtensile bond strength of luting materials to coronal and root dentin. *J Esthet Restor Dent* 2005; 17(3): 165-171.

Wang Y, Katsube N, Segui RR, Rokhlin SI Statistical failure analysis of adhesive resin cement bonded dental ceramics. *Eng Fract Mech* 2007; 74(12): 1838-1856.

Watts DC, Al Hindi A Intrinsic 'soft-start' polymerisation shrinkage-kinetics in an acrylate-based resin-composite. *Dent Mater* 1999; 15(1): 39-45.

Watts DC, Cash AJ Determination of polymerization shrinkage kinetics in visible-light cured materials: methods development. *Dent Mater* 1991; 7(4): 281-287.

Watts DC, Marouf AS Optimal specimen geometry in bonded-disk shrinkage-strain measurements on light-cured biomaterials. *Dent Mater* 2000; 16(6): 447-451.

Watts DC, Marouf AS, Al-Hindi AM Photo-polymerization shrinkage-stress kinetics in resin-composites: methods development. *Dent Mater* 2003; 19(1): 1-11.

Watts DC Reaction kinetics and mechanics in photo-polymerised networks. *Dent Mater* 2005; 21(1): 27-35.

Watts DC, Satterthwaite JD Axial shrinkage-stress depends upon both C-factor and composite mass. *Dent Mater* 2008; 24(1): 1-8.

Wei Y, Silikas N, Zhang Z, Watts DC Hygroscopic dimensional changes of self-adhering and new resin-matrix composites during water sorption/desorption cycles. *Dent Mater* 2011; 27(3): 259-266.

Weibull W A statistical distribution function of wide applicability. *J Appl Mechanics* 1951; 18(3): 293-297.

Weinmann W, Thalacker C, Guggenberger R Siloranes in dental composites. *Dent Mater* 2005; 21(1): 68-74.

Wilson HJ Properties of radiation-cured restorative resins. Proceedings of the international symposium of fotofil dental restorative. *Franklin Scientific Projects*, London 1978.

Witzel MF, Ballester RF, Meira JBC, Lima RG, Braga RR Composite shrinkage stress as a function of specimen dimensions and compliance of the testing system. *Dent Mater* 2007; 23(2): 204-210.

Witzel MF, Braga RR, Ballester RY Influence of specimen dimensions on nominal polymerization contraction stress of a dental composite. *J of the Braz Soc of Mech Sci & Eng* 2005; 27(3): 283-287.

Yamamoto T, Ferracane JL, Sakaguchi RL, Swain MV Calculation of contraction stress in dental composites by analysis of crack propagation in the matrix surrounding a cavity. *Dent Mater* 2009; 25(4): 543-550.

Yang B, Ludwig K, Adelung R, Kern M Micro-tensile bond strength of three luting resins to human regional dentin. *Dent Mater* 2006; 22(1): 45-56.

Yesilyurt C, Bulucu B Bond strength of total-etch dentin adhesive systems on peripheral and central dentinal tissue: a microtensile bond strength test. *J Contemp Dent Pract* 2006; 7(2): 26-36.

Yoshikawa T, Sano H, Burrow MF, Tagami J, Pashley DH Effects of dentin depth and cavity configuration on bond strength. *J Dent Res* 1999; 78(4): 898-905.

Yoshiyama M, Carvalho RM, Sano H, Horner JA, Brewer PD, Pashley DH Regional bond strengths of resins to human root dentine. *J Dent* 1996; 24(6): 435-442.

Yoshiyama M, Matsuo T, Ebisu S, Pashley DH Regional bond strengths of self-etching/self-priming adhesive systems. *J Dent* 1998; 26(7): 609-616.

Zaslansky P, Zabler S, Fratzl F 3D variations in human crown dentin tubule orientation. A phase-contrast microtomography study. *Dent Mater* 2010; 26(1): e1-10.